

**Der Einfluß von Einlagerungselementen
und Rekristallisation auf die ausgeprägte
Streckgrenze von Titan**

von

Peter Ruchel

Erlangen 1971



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41548824_0105

Der Einfluß von Einlagerungselementen und Rekristallisation auf die ausgeprägte Streckgrenze von Titan

Der Technischen Fakultät
der Universität Erlangen-Nürnberg
zur Erlangung des Grades
DOKTOR - INGENIEUR

vorgelegt

von

Peter Ruchel

Erlangen 1971



Als Dissertation genehmigt von der
Technischen Fakultät
der Universität Erlangen-Nürnberg

Tag der Einreichung: 14. 9. 1971

Tag der Promotion: 20. 12. 1971

Dekan: Prof. Dr. O. Molerus

Berichterstatter: Prof. Dr. U. Zwicker
Prof. Dr. U. Rösler

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1. <u>Einleitung</u>	1
1.1 Definition der Streckgrenze	1
1.2 Die Bedeutung der ausgeprägten Streckgrenze	5
2. <u>Bisherige Erkenntnisse</u>	8
2.1 Entstehungstheorien	8
2.2 Äußere Voraussetzungen	11
2.3 Ausgeprägte Streckgrenzen an Titan	14
2.4 Die Einflüsse im einzelnen	15
2.5 Mechanische Eigenschaften	32
2.6 Rekristallisation	35
3. <u>Ziel der Arbeit</u>	37
4. <u>Material und Probenherstellung</u>	38
5. <u>Versuchsdurchführung</u>	46
6. <u>Versuchsergebnisse</u>	49
6.1 Ausgeprägte Streckgrenze	49
6.1.1 Ausgeprägte Streckgrenze an Titan technischer Reinheit	49
6.1.1.1 Wiederherstellung der Streckgrenze	62
6.1.2 Ausgeprägte Streckgrenze an Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen	68
6.2 Rekristallisation	70
6.2.1 Rekristallisation von Titan technischer Reinheit	70
6.2.2 Rekristallisation von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen	76
6.3 Mechanische Eigenschaften	81
6.3.1 Mechanische Eigenschaften technischer Titansorten	81
6.3.2. Mechanische Eigenschaften von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen	86
7. <u>Diskussion der Ergebnisse</u>	93
7.1 Ausgeprägte Streckgrenze	93
7.2 Rekristallisation	97
7.3 Mechanische Eigenschaften	97
8. <u>Zusammenfassung</u>	98
9. <u>Literaturverzeichnis</u>	101

1. Einleitung

1.1 Definition der ausgeprägten Streckgrenze

- Bei Zugversuchen an technischem Eisen wurden schon sehr frühzeitig Unstetigkeiten der Last-Verlängerungs-Diagramme festgestellt. Nach dem elastischen Spannungsanstieg beobachtete man einen Dehnbereich bei gleichbleibender Spannung oder sogar einen Spannungsabfall. Diese Erscheinung wurde als Streckgrenze des Eisens bezeichnet.

Besonders willkommen war daran die deutliche Kennzeichnung einer Grenzspannung als Anhaltspunkt für Festigkeitsberechnungen. Die Normung betrachtet die Streckgrenze deshalb auch nur als Spannungswert. Die Streckgrenze ist der Sonderfall der Fließgrenze für Zugbeanspruchung. Nach der Begriffsnorm DIN 1602 vom Februar 1944 ist die Streckgrenze "bei scharfer Ausprägung die Spannung, bei der trotz zunehmender Formänderung die Lastanzeige gleichbleibt oder zurückgeht." Definitionsgemäß bedeutet demnach "scharfe Ausprägung" mindestens das Auftreten eines Plateaus. Ist die Streckgrenze nicht oder nicht scharf genug ausgeprägt, so wird gemäß DIN 1602 und 50 144 ersatzweise die Spannung bei 0,2 % bleibender Dehnung ermittelt und als 0,2 - Grenze, kurz $\sigma_{0,2}$ bezeichnet. Die 0,2 - Grenze wird aber auch als Streckgrenze angesehen und so benannt (s. DIN 50 145). Die auf dem Diagramm deutlich sichtbare Streckgrenze wird deshalb in der Werkstoffkunde allgemein als ausgeprägte oder natürliche Streckgrenze bezeichnet.

Nach DIN 50 145 vom Juni 1952 wird die natürliche Streckgrenze als die Spannung definiert, "bei der das Kraft-Verlängerungs-Diagramm eine Unstetigkeit unter Auftreten einer merklichen bleibenden Dehnung zeigt." Entgegen der älteren Norm 1602 liegt danach eine ausgeprägte Streckgrenze auch dann schon vor, wenn die Spannung noch steigt und nur eine Unstetigkeit, z.B. ein Knick auftritt. Die neuere Fassung ist metallkundlich berechtigt, da es sich nur um schwächere Ausprägung, aber um die gleichen Ursachen handelt. Leider sind z.Zt. beide Normen gültig. Tritt bei einer Probe

zu Beginn der Formänderung ein Spannungsabfall, d.h. ein Spannungsmaximum auf, so wird nach DIN 50 145 "die Spannung, die dem ersten Knick entspricht" als obere Streckgrenze definiert. Diese Definition ist noch einigermaßen genau, wenn man von dem Ausdruck "Knick" statt Maximum absieht. Die untere Streckgrenze ist aber als "die Spannung, die sich nach Überschreitung der oberen Streckgrenze unter Ausbildung merkbarer bleibender Dehnung einstellt" definiert. Das ist selbst dann unbestimmt, wenn man von den Einflüssen der Prüfmaschine absieht. An Proben mit Spannungsschwankungen läßt sich so überhaupt keine untere Streckgrenze angeben.

Die Abkehr von der unteren Streckgrenze als Festigkeitskennwert ist deshalb neben den zweifellos nachteiligen maschinellen Einflüssen wohl auch auf mangelhafte Definition zurückzuführen. Die stattdessen angegebene obere Streckgrenze ist nun zwar definiert und auffindbar, ihr Betrag unterliegt aber eher noch größeren Störungen. Auf dieses Problem wird später noch eingegangen.

Bereits dieser kurze Überblick zeigt, daß eine Überarbeitung der genannten Normen zu begrüßen wäre.

In der angelsächsischen Normung ist die Situation ähnlich. Es liegen aber schon neuere Betrachtungen zur Normenfrage vor.² Die zutreffendste Bezeichnung für die ausgeprägte Streckgrenze ist sicher "discontinuous yield". Häufig wird aber auch einfach von "yield point" gesprochen. Diese Bezeichnung ist aber nur für eine scharfe obere Streckgrenze sinnvoll.

Auch bei der internationalen Normung wird leider nur den Belangen der betrieblichen Meßtechnik Rechnung getragen. Nach der ISO-Recommendation R 82 (Vorschlag von 1967) sollen upper-, lower- und apparent yield stress genormt werden. Lediglich bei lower yield stress ist ein gewisser Fortschritt in der Definition erkennbar. Lower yield stress ist danach die niedrigste Spannung im Bereich der ausgeprägten Streckgrenze mit Ausnahme von Übergangseffekten, die nicht berücksichtigt werden sollen. Solange aber die "Übergangseffekte", auf die noch eingegangen wird, nicht eindeutig geklärt sind,

kann auch diese Definition nicht voll befriedigen.

Die Werkstoffwissenschaften haben den Begriff "ausgeprägte Streckgrenze" im ursprünglichen Sinne für die Gesamtheit der Unstetigkeitserscheinungen am Beginn der plastischen Verformung übernommen und beibehalten. Daraus ergibt sich aber ein Widerspruch zur bloßen Grenzspannungsdefinition nach DIN. Häufig versucht man deshalb diese Schwierigkeit durch den Begriff "Streckgrenzeneffekte" zu umgehen, doch ist auch diese Bezeichnung problematisch. Bei erhöhten Temperaturen können bekanntlich über die gesamte Spannungs-Dehnungs-Kurve Erscheinungen (Portevin-Le Chatelier-Effekt oder dynamische Reckalterung) auftreten, die ursächlich den Streckgrenzeneffekten gleichzusetzen sind und als solche bezeichnet werden müßten. Spätestens hier verbietet sich aber der Ausdruck Grenze von selbst.

Eine werkstoffkundliche Definition der ausgeprägten Streckgrenze liegt also nicht vor. Man kann aber sagen, daß darunter im allgemeinen eine materialbedingte Unstetigkeit im Spannungs-Dehnungs-Verhalten von Werkstoffen am Beginn bleibender Formänderung verstanden wird.

Im Gegensatz zur glatten Spannungs-Dehnungs-Kurve, wie sie z.B. bei Kupfer und Aluminium vorliegt, können in anderen Fällen die verschiedensten Unstetigkeiten am Beginn der plastischen Verformung auftreten. Die Ausprägung der Streckgrenze reicht von einem kaum merklichen Knick über ein Plateau oder ein kleines Maximum bis hin zu einer hohen Spannungsspitze mit anschließender Dehnung bei niedrigerer, annähernd gleicher Spannung über mehrere Prozent. Mit zunehmender Ausprägung der Streckgrenze wird die plastische Dehnung vor ihrem Spannungsmaximum immer geringer. Bei sehr guter Ausprägung ist die plastische Dehnung bis zur oberen Streckgrenze kaum meßbar. Eine optimal ausgeprägte Streckgrenze ist in Bild 1 schematisch dargestellt.

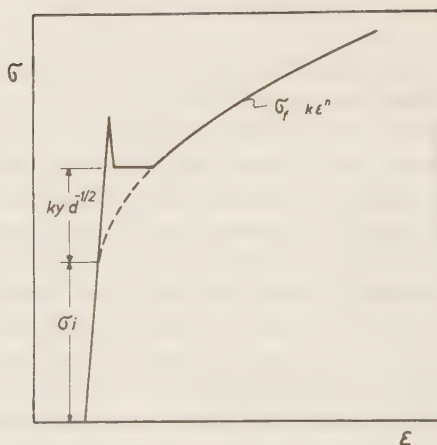


Bild 1

Schematische Spannungs-Dehnungs-Kurve mit optimal ausgeprägter Streckgrenze nach W.S. Owen.¹⁵

Der Abschnitt zwischen dem Maximum und dem Beginn der Verfestigungskurve wird als Fließbereich bezeichnet. Die zum Fließbereich gehörende plastische Dehnung wird Lüdersdehnung genannt. Die Formänderung im Fließbereich erfolgt durch Ausbreitung sogenannter Lüdersbänder¹, d.h. die Formänderung findet nur im Bereich schmaler, die Probe durchlaufender Bänder statt. Die damit verbundene inhomogene Verformung kann zu erheblichen Spannungsschwankungen im Fließbereich führen. Der Fließbereich endet, wenn die homogene Kaltverfestigung beginnt.

Die ausgeprägte Streckgrenze ist auch ein Bestandteil der Reckalterung.^{3 - 7} Verformungs- oder Reckalterung ist ein Prozeß, bei dem nach einer Verformung eine Erhöhung der Streckgrenze durch Alterungsvorgänge eintritt. Zwar gehört bei Stählen ein Fließbereich zu den Kennzeichen der Reckalterung⁷, doch ist eine ausgeprägte Streckgrenze auch schon vor der Reckung^{8, 7} und z.B. auch nach einer Abschreck-

alterung⁷ vorhanden, also nicht auf die Reckalterung beschränkt.

In erster Linie ist die ausgeprägte Streckgrenze eine Eigenart weichgeglühter Werkstoffe.⁹ Bei Umformung über den Fließbereich hinaus ist die ausgeprägte Streckgrenze naturgemäß abgeschlossen. Nach Entlastung und Temperatureinwirkung kann sie erneut auftreten. Dies ist z.B. bei der Reckalterung der Fall, aber auch durch andere Vorgänge möglich. Jede erneute Ausbildung von Streckgrenzeneffekten nach ihrem Ablauf oder weitergehender plastischer Verformung wird als Wiederherstellung bezeichnet. In dieser Arbeit wird auch die Ausbildung von Streckgrenzeneffekten nach Beseitigung hemmender Gefügebestandteile Wiederherstellung genannt.

1.2 Die Bedeutung der ausgeprägten Streckgrenze

Die praktische Bedeutung der ausgeprägten Streckgrenze liegt einerseits in ihrem Einfluß auf die Oberflächengüte von Blechen. Bei geringer Umformung zeigen einige Werkstoffe in Blechform sehr störende Fließfiguren mit einer Stufenhöhe von 5 - 10 μm . Diese Fließfiguren hängen unmittelbar mit dem Auftreten einer ausgeprägten Streckgrenze zusammen.^{10, 11, 12} Die Fließfiguren entsprechen den durch Lüdersbänder hervorgerufenen Oberflächenstufen, die sich an polierten Zugproben beobachten lassen.¹³ Diese Fließfiguren lassen sich aber durch einen schwachen Walz- oder Reckvorgang leicht vermeiden. Die weitere Umformbarkeit wird dadurch nur wenig herabgesetzt. Allerdings kann bei längerer Lagerung auch eine Wiederherstellung der ausgeprägten Streckgrenze erfolgen.

Von größerer Bedeutung ist andererseits die Tatsache, daß die Spannungs-Dehnungskurve eines weichgeglühten aber unterschiedlich weiterbehandelten Werkstoffes mit Ausbildung einer Streckgrenze bis zu höheren Spannungen elastisch verläuft als ohne die Ausbildung einer Streckgrenze.¹⁴ Dies ermöglicht eine höhere Belastbarkeit des Werkstoffes. Bei optimaler Ausprägung tritt bis zur oberen Streckgrenze praktisch keine plastische Dehnung auf. Es kann allerdings Mikrodehnung aus

Versetzungsbewegungen in einzelnen Körnern stattfinden.^{15, 9} Dadurch fällt die Elastizitätsgrenze fast mit der oberen Streckgrenze zusammen. Bei optimaler Ausprägung erfolgt zumindest bis zur unteren Streckgrenze keine plastische Dehnung. Dieser Betrag kann deshalb für Konstruktionsberechnungen zugrunde gelegt werden. Es muß allerdings erwähnt werden, daß unter gewissen Umständen schon unterhalb der unteren Streckgrenze eine merkliche plastische Dehnung auftreten kann. Hierauf wird noch eingegangen.

Der Spannungswert der Elastizitätsgrenze von Stahl kann mit Streckgrenzeneffekten um ein Vielfaches höher liegen als bei homogener Verteilung der Einlagerungsatome.¹⁶ Diese Verbesserung ist dann interessant, wenn der übliche Erzeugungsgang mit einer Warmverformung endet. Zusätzliche Kaltverformung kann dann entfallen. Diesen Vorteil hat man bei Eisen schon lange unbewußt genutzt. Andererseits ist es relativ einfach, eine niedrige Elastizitätsgrenze, wie sie z.B. bei Titan vorliegt, durch geringe Kaltverformung entsprechend anzuheben. Bei zu starker Verminderung des Formänderungsvermögens oder einer Beeinträchtigung physikalischer und korrosionschemischer Eigenschaften durch eine Kaltverformung kann die Erhöhung der Festigkeit durch die ausgeprägte Streckgrenze wiederum vorteilhafter sein.

Die obere Streckgrenze kann höher liegen als die Bruchfestigkeit.² Beim normalen Zugversuch kann die obere Streckgrenze die untere um 10 - 20 % übersteigen.¹⁸ Der wirkliche, unter idealen Prüfbedingungen mögliche Wert der oberen Streckgrenze liegt aber höher. Es wurden schon Werte bis zum Zweifachen der unteren Streckgrenze gemessen.¹⁹ Solche Werte sind aber nur unter besonderen Vorsichtsmaßnahmen zu erzielen. Der Wert der oberen Streckgrenze hängt besonders von der Einhaltung des einachsigen Spannungszustandes ab.^{14, 2, 18, 12, 4} Selbst bei geringfügig abweichenden Versuchsbedingungen¹⁴ kann die obere Streckgrenzegänzlich unterdrückt werden. Diese hohe Labilität macht die obere Streckgrenze nicht nur zu einer schwer bestimmbaren Eigenschaft, sondern auch als Konstruktionsgrundlage ungeeignet. Die mechanische Ausnützung

der oberen Streckgrenze wird deshalb wohl auf Sonderfälle beschränkt bleiben.

Bei Stahl läßt sich die Steigerung der Elastizitätsgrenze durch die ausgeprägte Streckgrenze experimentell nachweisen. Unterdrückt man z.B. die Streckgrenze durch schnellere Abkühlung immer mehr, so verkürzt sich auch die Lüdersdehnung. Ihr Endpunkt verschiebt sich auf einer Kurve, die etwa der Verlängerung der Verfestigungskurve in Richtung auf die Hookesche Gerade entspricht.^{15, 16} Extrapoliert man also die Verfestigungskurve mit Hilfe des ermittelten Verfestigungskoeffizienten bis zur Hookeschen Geraden, so erhält man die Spannungs-Dehnungskurve ohne Streckgrenzeneffekte.¹⁵ (s. Bild 1, gestrichelte Linie) Der Schnittpunkt mit der Hookeschen Geraden ist dann die Elastizitätsgrenze bei Abwesenheit von Streckgrenzeneffekten. Die Gültigkeit der Extrapolation bei Stahl erklärt sich wahrscheinlich aus der abnehmend inhomogenen Verteilung interstitieller Atome. Homogene Verteilung gibt bei Stahl bekanntlich keine Streckgrenzeneffekte.⁹ Bei Ausbildung einer Streckgrenze wird also im Fließbereich die bis dahin versäumte Dehnung nachgeholt.^{14, 9}

Bei Titan läßt sich die Streckgrenze, wie noch gezeigt wird, durch Abschreckung nicht unterdrücken. Die Gültigkeit dieser Extrapolation läßt sich deshalb bei Titan nicht nachweisen.

Neben den technischen Anwendungsfällen ist die ausgeprägte Streckgrenze vor allem für die Grundlagenforschung auf dem Gebiet der Festigkeitslehre bedeutsam. Auf die aus der Streckgrenze abgeleiteten Modellvorstellungen wird im folgenden Kapitel eingegangen.

2. Bisherige Erkenntnisse

2.1 Entstehungstheorien

Die ausgeprägte Streckgrenze war zunächst nur beim technischen Eisen bekannt. Dann nahm man an, daß die Streckgrenze doch zumindest auf kubisch-raumzentrierte Metalle beschränkt sei. Es zeigte sich jedoch, daß Streckgrenzeneffekte bei den verschiedensten Metallen, Legierungen und Verbindungen mit den unterschiedlichsten Kristallformen auftreten können. Bis vor einigen Jahren war es noch üblich, eine Aufzählung der durch eine Streckgrenze "ausgezeichneten" Werkstoffe zu geben. Mittlerweile ist deren Zahl jedoch so angeschwollen, daß dies nicht mehr sinnvoll erscheint. Nur bei hochreinen Metallen konnten bisher keine Streckgrenzeneffekte nachgewiesen werden.^{8, 9, 20} Von Zwillingeffekten (s. S. 31) sei hier abgesehen. Lediglich in einem Fall wird von einem schwachen Effekt bei Jodid-Titan berichtet.²¹

Die starke Zunahme der aufgefundenen Streckgrenzeneffekte ist vor allem auf die in letzter Zeit entscheidend verbesserten Zugprüfeinrichtungen zurückzuführen. Hierauf wird noch einzugehen sein. Ältere Angaben und Schlußfolgerungen über Streckgrenzeneffekte sind deshalb oft unsicher.

Während man zunächst auch mit wenigen einfachen Theorien auskam, hat die Unterschiedlichkeit der betroffenen Metalle inzwischen zu einer schwer überschaubaren Anzahl von Erklärungsversuchen genötigt, von denen nur die wichtigsten genannt werden können. Jede dieser Theorien geht aber von einer Inhomogenität des strukturellen Aufbaues aus.

Es stellte sich frühzeitig heraus, daß zwei Gruppen von Legierungen Streckgrenzeneffekte zeigen. Einerseits kann bereits durch kleinste Mengen von Fremdelementen eine Streckgrenze hervorgerufen werden. Beim Eisen reichen z.B. 0,0001 Gew.-% Kohlenstoff oder Stickstoff zur Streckgrenzenbildung aus.¹⁵ In solchen Fällen handelt es sich stets um Fremdelemente, die Einlagerungsmischkristalle bilden können. Andererseits kann

eine Streckgrenze auch durch wesentlich höhere Gehalte an Fremdelementen hervorgerufen werden. Dies ist z.B. bei Kupferbasislegierungen der Fall. Hier handelt es sich stets um Substitutionsmischkristalle.

Beim Eisen stellte man zuerst den Zusammenhang zwischen den Einlagerungselementen Kohlenstoff und Stickstoff und dem Verhalten der Versetzungen unter Last fest.²² Bindet man diese Einlagerungselemente in stabilen chemischen Verbindungen innerhalb der Legierung ab, so unterbleibt die Streckgrenze.²³ Die Art der Verteilung der nicht abgebundenen interstitiellen Atome spielt nun, wie bereits beschrieben, eine ausschlaggebende Rolle. Homogene Verteilung ergibt beim Eisen z.B. keine Streckgrenzeneffekte.⁹ Die Streckgrenze fehlt somit beim Eisen, wenn von A 1 schroff abgeschreckt wird. Sie tritt in diesem Fall erst nach gewisser Zeit, in der sich inhomogene Verteilung bilden kann, also durch Abschreckalterung auf.^{9, 7} Bei langsamer Abkühlung des Eisens tritt die Streckgrenze dagegen ohne diese zusätzliche Auslagerung auf,¹⁵ da die Entmischung der Einlagerungsatome bereits während des Abkühlens erfolgt.

Eine Erklärung für diese Zusammenhänge wurde erstmals von Cottrell²⁴ gegeben. Danach lagern sich die interstitiellen Atome in sogenannten Wolken an die Versetzungen an, da hier energetisch günstigere Plätze als in den regulären Gitterlücken zur Verfügung stehen. Es tritt also einphasige Entmischung auf. In diesem Zustand bedarf es dann einer höheren Energie, um eine Versetzung bei Formänderung zu bewegen, da die Einlagerungsatome in einem höheren Energieniveau zurückbleiben. Lösen sich die Versetzungen von den Atomwolken, so kann die plastische Formänderung bei niedrigerer Spannung erfolgen. Die Spannung fällt dadurch von der oberen auf die untere Streckgrenze ab. Die Cottrell-Theorie beschreibt die Streckgrenze durch Einlagerungsatome in vielen Fällen zutreffend. Ihr Grundgedanke hat deshalb nach wie vor allgemeine Bedeutung. Zunächst blieb allerdings vor allem der Einfluß der Korngröße auf die Ausbildung der Streckgrenze ungeklärt. Später wurde deshalb von

Cottrell eine erweiterte Theorie²⁵ aufgestellt. Darin wird zwischen Versetzungen an den Korngrenzen und innerhalb des Korns unterschieden. Die Versetzungen im Inneren können sich bereits bei niedrigeren Spannungen von den Wolken losreißen. Sie stauen sich anschließend an den Korngrenzen und den dort verankerten Versetzungen auf. Schließlich steigt die Spannung durch Aufstau einer genügenden Zahl von Versetzungen so weit an, daß die Hindernisse schlagartig überwunden werden. Dabei treten aus den Quellen lawinenartig neue Versetzungen in Aktion, so daß ein Fließen bei niedrigerer Spannung erfolgt und die Formierung von Lüdersbändern stattfindet. Bei grobem Korn sammeln sich nun aus dem relativ großen Kornvolumen bei gleicher Spannung mehr Versetzungen pro Korngrenzeneinheit an als bei feinem Korn. Der Durchbruch erfolgt deshalb bereits bei niedrigerer Spannung. Bei genügend grobem Korn wird schließlich keine Erhöhung über die glatte Spannungs-Dehnungs-Kurve mehr beobachtet. Die Streckgrenze bleibt damit oberhalb einer bestimmten Korngröße aus. Bei feinem Korn ist die Streckgrenze dagegen gut ausgeprägt. Die Verhältnisse an Einkristallen sind nicht ohne weiteres vergleichbar.

H. Suzuki²⁶ gibt eine weitere Erklärung ähnlicher Art. Im Bereich eines durch Halbversetzungen hervorgerufenen Stapelfehlers besteht ebenfalls eine energetisch bevorzugte Position für Einlagerungsatome. Somit sind auch hier Voraussetzungen für eine Streckgrenze gegeben.

Die bisher genannten Theorien beruhen auf Entmischungsvorgängen und betreffen interstitielle Mischkristalle. Nach J.C. Fisher²⁷ ist auch mit dem entgegengesetzten Vorgang der Nahordnung, bei dem sich also jede Atomsorte mit möglichst vielen ungleichen Partnern umgibt, eine Streckgrenze verbunden. Dieser Typ trifft demnach vorwiegend bei den Substitutionsmischkristallen zu. Die wichtigsten Beispiele hierfür liefern die Kupferbasislegierungen.^{17, 20} Entsprechend kann eine ausgeprägte Streckgrenze auch durch Fernordnung hervorgerufen werden.²⁸

Diese und andere Versetzungstheorien haben die einfachen Vor-

stellungen von versteifenden heterogenen Gefügeanteilen abgelöst. So kann als sicher gelten, daß z.B. Perlit und Zementit keinen Einfluß auf die ausgeprägte Streckgrenze ausüben.^{15, 14} Dennoch wird Ausscheidungen in einigen Fällen Bedeutung zugemessen⁴ und ein Zusammenhang mit Versetzungsstrukturen hergestellt.²⁹

2.2 Äußere Voraussetzungen

Nach dem Überblick über die Erklärungsversuche ist die Betrachtung der einzelnen Einflüsse und Phänomene angebracht. Bei der Aufzeichnung von Zugversuchen kann man bei gleichem Material eine Vielzahl von verschiedenen Streckgrenzen-Typen erhalten.¹⁴ Es können starke Schwankungen im Bereich der unteren Streckgrenze und sehr unterschiedliche Höhen der oberen Streckgrenze auftreten. Vorzeitige plastische Dehnung führt oft zum völligen Ausbleiben der oberen Streckgrenze. Selbst bei gleicher Vorbehandlung und gleicher Prüfeinrichtung findet man Unterschiede. Da sich außerdem gewisse Erscheinungsbilder wiederholen, ist man zunächst geneigt, eine Typen-Einteilung² vorzunehmen. Bei näherer Betrachtung stellt sich jedoch heraus, daß die Ausbildung der Streckgrenze nicht nur von der Art der Prüfmaschine, sondern von vielen geometrischen und mechanischen Einzelheiten abhängt. Das Erkennen echter, materialbedingter Effekte ist deshalb sehr erschwert.

Je kleiner die Federkonstante, d.h. je weicher die Prüfmaschine ist, desto mehr wird ein Streckgrenzenabfall unterdrückt, da die elastische Energie der Maschine die Probe beschleunigt weiterreckt. Maßgebend ist hierbei das Härteverhältnis von Probe und Maschine. Die Dehngeschwindigkeit an der Streckgrenze kann durch unterschiedliche Maschinenhärte um den Faktor 100 variieren.² Bei sehr weichen Maschinen wird deshalb nicht einmal eine Unstetigkeit gefunden, wenn deutliche Effekte erwartet werden könnten.^{30, 14} Neuere elektronische Spindelmaschinen haben jedoch eine ziemlich konstante Traversengeschwindigkeit und ergeben deshalb ein zutreffenderes Spannungs-Dehnungs-Diagramm im Bereich der

Streckgrenze. Neuester Fortschritt auf dem Gebiet der Meßtechnik sind ansetzergesteuerte Probenverlängerungsgeschwindigkeiten.

Wie gesagt, hängt die Ausbildung der Streckgrenze aber von vielen weiteren Einzelheiten ab. Ein Hauptfaktor ist die axiale Einspannung der Probe.^{14, 2, 18, 12, 4} Beim Aufbringen der Last sollte weitgehend einachsiger Spannungszustand entstehen. Überlagerte Biege- und Verdrehspannungen sowie Eigenspannungen sind der Ausbildung der oberen Streckgrenze abträglich, da örtliches Fließen einsetzt und ein schlagartiges erstes Lüdersband nicht mehr auftritt. Nach Siebel¹⁴ erzeugt 1/100 Durchmesserabweichung des Normstabes aus der Achse bereits 10 % Biegespannung. Mit den üblichen Gehängen ist deshalb ein genaues Arbeiten sehr schwierig. Die vorhandenen Kugelgelenke haben eine so hohe Reibung, daß sich die Probe nicht geraderichtet.¹⁴ Entsprechend ist es unerläßlich, daß bei Gewindeproben beide Gewinde genau koaxial geschnitten sind und auch die Spanngewinde sauber fluchten. Ohne diese Voraussetzung ist eine Reproduzierbarkeit nicht zu erreichen.

Damit ist die Frage der Probengeometrie angeschnitten. Besonders wichtig ist der Übergang vom Kopf zur Meßlänge der Proben.¹⁴ Ein langer konischer Übergang begünstigt die Ausbildung des einachsigen Spannungszustandes und der oberen Streckgrenze viel stärker als die üblichen Rundschultern. Runde Querschnittsformen sind wiederum günstiger als Profile, da diese an den Kanten Spannungskonzentrationen und damit vorzeitiges Fließen aufweisen.^{14, 2} Aus ähnlichen Gründen sind Proben mit glatter Oberfläche günstiger als roh bearbeitete. Scherränder an Blechproben zerstören als Kaltverformung die ausgeprägte Streckgrenze.

Oft beobachtet man bei der Aufzeichnung der Last-Verlängerungskurve einen sogenannten "undershoot".² Beim Abfall von der oberen Streckgrenze durchläuft die Kurve scheinbar im dynamischen Schwung erst ein Minimum, bevor sich eine etwa gleich-

mäßige untere Streckgrenze einstellt. Auch am Ende der Lüdersdehnung tritt ein ähnliches Minimum auf. Diese Erscheinungen wurden zunächst als sogenannte "Übergangseffekte" bezeichnet und auf Maschineneinflüsse zurückgeführt. "Übergangseffekte" können auch bei Dehngeschwindigkeitsänderungen auftreten. Wird die Geschwindigkeit erhöht, so tritt zusätzlich zu der bekannten Erhöhung der Fließspannung ein "kurzlebiges" Maximum und bei Rücknahme der Geschwindigkeit ein ebensolches Minimum auf (Bild 2). Dies wurde zunächst auf Maschineneinflüsse zurückgeführt und als Pseudo-Streckgrenzeneffekte bezeichnet.³¹ A.T. Santhanam³² u.a.³³ konnten jedoch nachweisen, daß es sich um materialbedingte Streckgrenzeneffekte handelt. Demnach müssen auch schwache Effekte nach einer Vorreckung als Wiederherstellung der Streckgrenze angesehen werden.

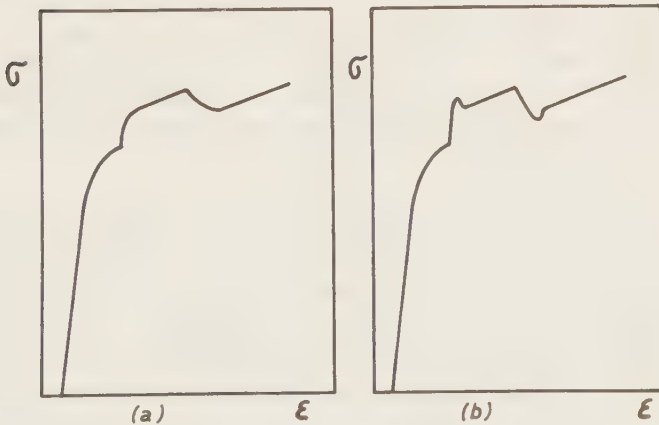


Bild 2

Schematische Spannungs-Dehnungs-Kurven mit Änderung der Dehngeschwindigkeit nach A.T. Santhanam u.a.³²

(a) normal

(b) mit Übergangseffekten

Die Abhängigkeit der ausgeprägten Streckgrenze von zahlreichen äußeren Einflüssen läßt eine Reproduzierbarkeit nur bei sorgfältigster Arbeitsweise und Berücksichtigung aller Erkenntnisse zu. Dies macht verständlich, daß auch über die Streckgrenze von Titan bisher manche unterschiedlichen Beobachtungen vorliegen.

2.3 Ausgeprägte Streckgrenze an Titan

Der erste Bericht über eine Streckgrenze an Titan stammt von F.D. Rosi und F.C. Perkins⁵ aus dem Jahre 1952. Eine Streckgrenze wurde allerdings nur im Prüftemperatur-Bereich 117 - 452° C gefunden. Wenig später wird auch durch W.R. Kiessel und M.J. Sinnott³ über Streckgrenzeneffekte bei 100 - 340° Prüftemperatur berichtet. Wohl aufgrund der erhöhten Temperaturen wurde in beiden Fällen auf Reckalterung geschlossen.

A.T. Churchman⁸ fand 1955 ausgeprägte Streckgrenzen an Einkristallen bis RT sowie an Vielkristallen bis herab zu 90° Prüftemperatur. Als Ursache wurde eine "geometrische Erweichung" durch die Bildung von Kink-Bändern in Kombination mit Einlagerungseffekten angenommen.

Die nächste wesentliche Arbeit stammt von H. Margolin⁶. Darin wird die Abhängigkeit der Streckgrenze von den Einlagerungselementen Kohlenstoff, Stickstoff und Sauerstoff systematisch untersucht. Auch Margolin findet Streckgrenzen hauptsächlich bei höheren Temperaturen. Die Arbeit leidet unter der Ungenauigkeit der Prüfmaschine. C. Feng³⁰ findet 1959 an sauerstofflegiertem Titan keine Streckgrenze, führt das aber selbst auf eine zu weiche Maschine zurück.

Die eingehendste Arbeit über Streckgrenzeneffekte an Titan stammt von R.J. Wasilewski³⁵ aus dem Jahre 1963. Wasilewski untersuchte verschiedenste Titansorten und fand Streckgrenzen im Temperaturbereich -196 bis +350° C. Die Ausprägung der Streckgrenzen war erstmals ziemlich optimal. Wasilewski hält die Cottrell-Theorie für nicht zutreffend und nimmt ein Versetzungsnetzwerk und dessen Zerreißen als Ursache für die ausgeprägte Streckgrenze an.

Seither sind zwar eine Reihe weiterer Arbeiten über die theoretischen Grundlagen der Streckgrenze an Titan erfolgt^{33, 36, 37, 21, 32}, doch ist die Ausprägung mit einer Ausnahme³⁸ stets gering. Auch in diesen neueren Arbeiten wird die Streckgrenze teilweise nur bei erhöhter Temperatur gefunden. Es fällt auf, daß in den neueren deutschen Arbeiten^{39, 40, 41} eine Streckgrenze bei Titan gar nicht festgestellt wird. Eine eingehende Prüfung erschien deshalb durchaus angebracht. Eine Streckgrenze an Titanlegierungen wurde bisher nicht gefunden.⁴⁰ Nach neusten Untersuchungen wurde jedoch auch hier eine Streckgrenze nachgewiesen.⁸⁸

2.4 Die Einflüsse im einzelnen

Für die Untersuchung der ausgeprägten Streckgrenze ist zunächst die Bestimmung der Fließspannung wichtig. Auf diesem Gebiet überschneiden sich deutsche und englische Kurzzeichen leider in störender Weise. Um Verwechslungen vorzubeugen, werden in diesem Abschnitt weitgehend angelsächsische Indizes benutzt. Nach E.O. Hall⁴² und N.J. Petch⁴³ gehorcht die Streckgrenze bzw. die untere Streckgrenze der Beziehung:

$$\sigma_{ly} = \sigma_i + k_y d^{-1/2}$$

Die Streckgrenze ist also abhängig vom mittleren Korndurchmesser d . σ_i u. k_y sind Werkstoffkonstanten (s.a. Bild 1). Der Einfluß der Korngröße beruht auf der Behinderung der Versetzungsbewegung durch die Korngrenzen. σ_i entspricht der Spannung, die zur Überwindung von Hindernissen im Korninneren aufgebracht werden muß. Sie wird deshalb auch als Gitter-Reibspannung bezeichnet.⁴⁴ Legt man an einen Einkristall eine Zugspannung, so ergibt sich im günstigst orientierten Gleitsystem die kritische Schubspannung:

$$\tau = \sigma / m$$

Darin ist m der sog. Orientierungsfaktor. Nach G.I. Taylor⁴⁵ ergibt sich für einen Vielkristall ein mittlerer Orientierungsfaktor von 3,06. Daraus folgt:

$$\sigma_i = \tau_0 \cdot M_T$$

τ_0 ist darin die kritische Schubspannung des Einkristalls und

M_T der besagte Orientierungsfaktor. Es wird dabei von der Annahme ausgegangen, daß bereits an der Streckgrenze Mehrfachleitung auftritt. Das kann offensichtlich der Fall sein.⁴⁴

Die Erhöhung der Fließspannung durch Mischkristallbildung in binären Systemen ist hauptsächlich auf zwei Faktoren, nämlich die Änderung der Gitterkonstanten und die Änderung der Valenzelektronenkonzentration zurückzuführen.⁴⁶ An Substitutionsmischkristallen wurde die Abhängigkeit der kritischen Schubspannung vom Legierungsgehalt und damit von der Valenzelektronenkonzentration festgestellt.^{20, 44} Ferner wurde die Übereinstimmung der kritischen Schubspannung an Einkristallen mit der Streckgrenze an Vielkristallen unter Berücksichtigung des Taylor-Faktors erwiesen.⁴⁴

Wichtig und allgemein anerkannt ist nun die Tatsache, daß sich die Fließspannung aus zwei grundlegenden Komponenten zusammensetzt.³⁶ Das ist einmal die Kraft, die nötig ist, um Versetzungen an Hindernissen vorbeizubewegen, deren Wechselwirkung auf kleinen Raum beschränkt ist. Zum anderen ist es die entsprechende Bewegung durch weiträumige Kraftfelder. Man spricht deshalb vom short-range und long-range Anteil und kann ganz allgemein schreiben:

$$\sigma = \sigma_s + \sigma_l$$

Da beim short-range Anteil wenige Atome direkt betroffen sind, ist dieser Teil thermisch aktivierbar.^{47, 48} Dieser Teil ist bei niedrigen Temperaturen für die Festigkeit bestimmend. Nur in diesem Teil liegen Verbesserungsmöglichkeiten für die Festigkeitseigenschaften von Gebrauchsmetallen.

Bei hohen Temperaturen wird der thermische Anteil nahezu Null, so daß bei allen Materialien eine fast temperaturunabhängige kritische Schubspannung des athermischen Anteils maßgebend wird.³⁷ Der thermische Anteil, der aus dem Zugversuch nicht separat bestimmbar ist, läßt sich somit durch Subtraktion des athermischen Teils von der gesamten Fließspannung erhalten.

Der thermische Anteil soll nur von der Temperatur abhängig

sein.^{47, 49} Diese sogenannte Tieftemperaturreibung nach Friedel⁵⁰ beruht nun aber auf der Wechselwirkung von Versetzungen mit nahegelegenen Fremdatomen, deren thermische Bewegung sich direkt auswirken kann. Somit ist der thermische Anteil selbstverständlich von der Konzentration und Art der Fremdatome abhängig. Dementsprechend hängt dieser Anteil bei Stahl z.B. von der C- und N-Konzentration ab.⁴⁷

Conrad und Jones³⁷ haben gezeigt, daß der thermische Anteil bei Titan ebenfalls vom Gehalt an interstitiellen Elementen, dem sog. Sauerstoffäquivalent, abhängt. Der Einfluß nimmt mit fallender Temperatur zu und ist am absoluten Nullpunkt proportional der Wurzel des Gehalts.

Der athermische Anteil hängt dagegen von der Struktur ab.⁴⁷ Hier gehen Gitterparameter, Fehlstellen, gelöste Atome und Ausscheidungen ein.^{47, 49} Damit hängt dieser Anteil vom Schubmodul ab. Über den Schubmodul hängt auch der "athermische" Anteil von der Temperatur ab. Die Abhängigkeiten des athermischen Anteils treffen auch für Titan zu.^{36, 32} Die von Heslop und Petch⁴⁷ entwickelte Vorstellung vom thermischen und strukturbedingten Anteil der Fließspannung wird wie folgt ausgedrückt:

$$\sigma_i = \sigma_{i_1}(\tau) + \sigma_{i_2}(st)$$

Das bedeutet, daß beide Anteile bereits in der ersten Konstanten der eigentlichen Petch-Gleichung enthalten sind. Man kann deshalb schreiben:

$$\sigma_{Ly} = \sigma_{i_1}(\tau) + \sigma_{i_2}(st) + k_y d^{-1/2}$$

Da die Bestimmung von σ_{i_1} und σ_{i_2} gelingt, konzentriert sich seit langem das Interesse auf die zweite Konstante k . Dementsprechend groß ist die Zahl der Deutungsversuche. Petch selbst hält auch k für abhängig von der Versetzungsblockierung.^{43, 47} Danach soll k ein Maß für die zum Losreißen der Versetzungen von den Fremdatomen erforderliche Spannung sein. Neuere Untersuchungen⁴⁹ haben andererseits ergeben, daß k zumindest in bestimmten Bereichen von der Temperatur unabhängig ist und deshalb nicht mit dem Losreißen der Versetzungen nach Cottrell in Zusammenhang gebracht werden kann. Dem entspricht auch, daß k unabhängig vom Gehalt an interstitiellen Atomen ist.⁵¹

Von den Deutungsversuchen für k seien nur einige herausgegriffen: Petch geht von Stufenversetzungen aus, die sich aus dem Inneren des Korns gegen die Korngrenze aufstauen:

$$k = \sqrt{\frac{\tau_{KG} G b d}{\pi (1-\nu) l}}$$

Darin ist G der Schubmodul, b der Burgersvektor, ν die Querkontraktionszahl, l die Länge der Aufstauung. Die Korngrenzenfestigkeit τ_{KG} ist jedoch nicht bekannt.

Eine häufig benutzte Erklärung ist die von Cottrell,¹⁸ nach der eine durch Fremdatome blockierte Quelle in der Nähe der Korngrenze durch Aufstau von weiteren Versetzungen aktiviert wird:

$$k = 2 \tau_l \sqrt{2 l}$$

Darin ist τ_l die Losreißspannung und l der Abstand der Blockierung von der Korngrenze. Diese Erklärung wird auch von H. Conrad und G. Schoeck⁴⁹ benutzt. Die Größe l ist aber unbekannt. Für den Vielkristall kommt man mit dem Taylor-Faktor zu:

$$k = (M_T)^2 \tau_l \sqrt{l}$$

In einer Weiterentwicklung wird k als die Spannung definiert, die Versetzungen im Abstand l von einem Aufstau an der Korngrenze in einem idealen Gitter athermisch erzeugt:

$$k = 2 \tau_{id} \sqrt{l}$$

Die ideale Schubspannung wird als $G/50$ angenommen.⁴⁴ Mit zunehmendem Legierungsgehalt müßte k dann mit dem Schubmodul abnehmen. Messungen an Kupferlegierungen geben aber eine Zunahme. Aufgrund solcher Ergebnisse setzen sich insbesondere W. Köster und M.O. Speidel⁴⁴ kritisch mit den angebotenen Gleichungen für k auseinander. Sie selbst erreichen bei Kupferlegierungen gute Übereinstimmung mit den Meßergebnissen durch die Gleichung:

$$k = \frac{G}{50} \sqrt{l_{id}}$$

Darin ist l_{id} der halbe Gleitlinienabstand und G der Schubmodul. Daneben bestehen eine ganze Reihe von Gleichungen für k ,

die den Schubmodul berücksichtigen, aber unbestimmte Größen enthalten. Von R.J. Wasilewski³⁵ wurde auch für Titan eine Gleichung aufgestellt, in die der mittlere Versetzungsabstand r eingeht:

$$k = k' \frac{d^{1/2}}{r}$$

Danach soll die Konstante von der Glühtemperatur und der dadurch bedingten Versetzungsstruktur abhängen. Ergebnisse von Köster und Speidel⁴⁴ sowie eigene Untersuchungen sind aber damit nicht in Übereinstimmung. Im Gegensatz zu der erwähnten Unabhängigkeit der Konstanten k vom Gehalt an interstitiellen Atomen steht die Abhängigkeit vom Gehalt an Substitutions-elementen⁴⁴, doch zeigt sich auch hier eine weitgehende Unabhängigkeit von der Temperatur. Sowohl σ_i als auch k sind abhängig vom Reckgrad.²¹

Insgesamt muß man hinsichtlich der Natur der Konstanten k noch erhebliche Unklarheiten feststellen. Sicher ist nur, daß k die Behinderung der Versetzungsbewegung an den Korngrenzen ausdrückt. Der Betrag der Konstanten k ist dagegen leicht zu ermitteln. Er entspricht der Steigung in der Auftragung Fließspannung gegen $d^{-1/2}$. Der Betrag von σ_i ergibt sich bei dieser Auftragung als Abschnitt auf der Ordinate. Meßwerte der Konstanten für Titan werden von R.L. Jones und H. Conrad^{21,37} gegeben. Bei Raumtemperatur und vernachlässigbarer Dehnung ergeben sich z.B. für:

A - 70 - Titan	$\sigma_i = 43 \text{ Kp/mm}^2$	$k = 0,80 \text{ Kp/mm}^{3/2}$
Jodid - Titan	$\sigma_i = 14 \text{ --}$	$k = 0,47 \text{ --}$

Die oben angeführte Gleichung von Wasilewski für die Konstante k leitet zur Abhängigkeit der Fließspannung von der Versetzungsdichte über. Die k -Gleichung von J.C.M. Li³⁴ bezieht die Versetzungsdichte ρ sogar direkt mit ein:

$$k = \alpha G b \sqrt{\frac{8 \rho}{\pi}}$$

Diese Gleichung ist aber nicht in Übereinstimmung mit für Cu gültigen Messungen.⁴⁴

Nach G.I. Taylor⁵² hängt die Fließspannung bei Wechselwirkung paralleler Versetzungen von der Wurzel der Versetzungsdichte ab. Versetzungsdichtemessungen⁵³ haben gezeigt, daß zwischen der Fließspannung und der Versetzungsdichte folgende Beziehung besteht:

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha G b \rho^{1/2}$$

Darin ist σ_0 eine Konstante, die alle Einflüsse erfaßt, die nicht Wechselwirkungen von Versetzungen miteinander darstellen. α ist der Wirkungsgrad der Versetzungsverfestigung. Neuere Untersuchungen haben gezeigt, daß diese Gleichung auch für Titan gilt.²¹ Sie gilt allerdings nur für den Bereich der Kaltverfestigung.^{21, 37} Es interessiert aber eine Erklärung der Spannungsüberhöhung an der oberen Streckgrenze.

Bei weichgeglühten Metallen beträgt die Versetzungsdichte allgemein $10^6 - 10^8 \text{ cm}^{-2}$. Dies trifft auch für Titan zu.²¹ Die Versetzungsdichte nimmt parabolisch mit der plastischen Dehnung zu:⁵⁴

$$\rho = \rho_0 + C \epsilon_p^a$$

Bei einer scharf ausgeprägten oberen Streckgrenze mit sehr geringer plastischer Dehnung ($< 0,01\%$) könnte man die Versetzungsdichte noch als Konstante auffassen, die nicht verändernd eingreift. Wie J.C. Suits⁵⁵ und B. Chalmers gezeigt haben, findet aber auch bei scharf ausgeprägter Streckgrenze zwischen der Elastizitätsgrenze σ_i und der oberen Streckgrenze in ca. $0,5\%$ der Körner plastische Verformung statt. Es wird deshalb auch für diesen Bereich der Spannungs-Dehnungs-Kurve eine ähnliche Beziehung zur Versetzungsdichte angegeben:

$$\sigma = \sigma_0 + k \rho^{1/4}$$

R.L. Jones und H. Conrad²¹ haben gezeigt, daß die Versetzungsdichte von Titan bis zur oberen Streckgrenze sogar stärker zunimmt als im Verlauf der Kaltverfestigung. In ihrem Fall ist die obere Streckgrenze jedoch rund ausgeprägt und weist $0,5\%$ plastische Dehnung auf. Nach derartig hoher Dehnung ist die

um 10^2 gestiegene Versetzungsdichte verständlich. Solche Ausprägung zeigt aber gerade besonders geringe Spannungsüberhöhung, so daß die Versetzungsdichte-Beziehung manche Fragen offenläßt.

Man hat deshalb versucht, zwischen der Wirkung beweglicher und blockierter Versetzungen zu unterscheiden. Durch G.T. Hahn⁵⁶ wird erstmals der Übergang zur interessierenden Spannungsüberhöhung vollzogen. Hahn stellt eine direkte Abhängigkeit zwischen dem Spannungsabfall $\bar{\sigma}_{UV} - \bar{\sigma}_{LY}$ und der Ausgangsversetzungsdichte ρ_0 her. Sofern Versetzungen blockiert sind, wird ρ_0 als die Dichte der beweglichen Versetzungen verstanden. Bei einer Dichte der beweglichen Versetzungen von 10^2 cm^{-2} wird eine besonders hohe obere Streckgrenze gefunden. Mit zunehmender Dichte der beweglichen Versetzungen nimmt der Streckgrenzenabfall ab und verschwindet bei etwa 10^8 cm^{-2} . Die Spannungsüberhöhung ist also umgekehrt proportional zur Dichte der beweglichen Versetzungen. Zeigen weichgeglühte Metalle mit der üblichen Versetzungsdichte 10^8 cm^{-2} noch eine ausgeprägte Streckgrenze, so wird angenommen, daß der größte Teil der Versetzungen blockiert sein muß.

Die Versetzungsbeweglichkeit folgt nach D.F. Stein und J.R. Low⁵⁷ der Beziehung:

$$v = \left(\frac{\tau}{\tau_0} \right)^n$$

Darin ist τ die kritische Schubspannung, τ_0 die auf die Beweglichkeitseinheit bezogene kritische Schubspannung. Hahn⁵⁶ gibt eine Übersicht über den Beweglichkeitsexponenten n für verschiedene Werkstoffe. Für Titan liegen Angaben zwischen 15 - 20, für Stahl um 30 vor. Hahn stellt fest, daß die Spannungsüberhöhung umgekehrt proportional n verläuft und oberhalb von $n = 300$ kaum noch ausgeprägte Streckgrenzen auftreten. Dies soll der Grund für die glatten Spannungs-Dehnungs-Kurven von Cu und Ag sein. Mit der Versetzungsdichte geht automatisch die Versetzungsmultiplikation in die Spannungsbetrachtung ein. Nach W.G. Johnston und J.J. Gilman⁵⁸ ist die Multiplikation proportional der Versetzungsdichte. Sie folgt nach neueren Messungen⁵⁴ der bereits oben angeführten parabolischen Be-

ziehung:

$$\rho = C_{\varepsilon_p}^a$$

Nach Hahn⁵⁶ ist die Beziehung

$$\rho = \rho_0 + C_{\varepsilon_p}^a$$

auch für kleinste Dehnungen, also an der oberen Streckgrenze gültig. Meßwerte für C und a werden angegeben. Für Titan liegen Angaben über Versetzungsdichte- und Multiplikationseinflüsse nur für den Bereich der Kaltverfestigung vor.^{36, 32} A.T. Santhanam, V. Ramachandran und R.E. Reed-Hill³² weisen aber, wie bereits erwähnt, nach, daß auch die "Übergangseffekte" bei Dehngeschwindigkeitswechseln im Kaltverformungsbereich von Titan Streckgrenzeneffekte darstellen. Diese Maxima werden auf eine erhöhte Multiplikationsrate der beweglichen Versetzungen zurückgeführt. Es wird eine Gleichung angegeben, nach der sich diese Spannungseffekte vorausberechnen lassen.

Damit ist nun auch die enge Verknüpfung der Streckgrenze mit der plastischen Dehngeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}$ einbezogen. Nach Johnston und Gilman⁵⁸ besteht zwischen Fließspannung und Dehngeschwindigkeit die Beziehung:

$$\sigma = D \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\rho_m b} \right)^{1/n}$$

Darin ist D eine Konstante, ρ_m die Dichte der beweglichen Versetzungen und n der Beweglichkeitsexponent. S.N. Monteiro, A.T. Santhanam und R.E. Reed-Hill³⁶ finden für Titan eine lineare Abhängigkeit zwischen dem Logarithmus der Streckgrenze ($\sigma_{0,2}$) und dem Logarithmus der Dehngeschwindigkeit. Mit dem Dehngeschwindigkeitsexponenten n lautet die Beziehung:

$$\frac{\sigma_2}{\sigma_1} = \left(\frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_1} \right)^n$$

Der Dehngeschwindigkeitsexponent weist bei Titan im Gegensatz zu anderen Metallen eine anomale Temperaturabhängigkeit auf. Daraus werden thermische short-range- und athermische long-range-Komponenten abgeleitet.³⁶

Die Dehngeschwindigkeit ist daneben aber noch auf andere Weise ausschlaggebend. Da das Auftreten der ausgeprägten Streckgrenze nach der Cottrell-Vorstellung von der Wechselwirkung der interstitiellen Atome mit den Versetzungen abhängt, geht u.a. die Diffusionsgeschwindigkeit der interstitiellen Atome ein. Das Losreißen ist damit ein temperatur- und geschwindigkeits-gesteuerter Vorgang. Die ausgeprägte Streckgrenze steigt also mit der Verformungsgeschwindigkeit an.⁹ Für eine konstante Temperatur wird unterhalb einer kritischen Verformungsgeschwindigkeit keine ausgeprägte Streckgrenze mehr beobachtet, da die Atome mitdiffundieren können:

$$\dot{\epsilon}_c = b \rho v_c = \frac{4 D \rho b}{r}$$

Darin ist v_c die kritische Geschwindigkeit der Versetzungen zum Losreißen aus der Wolke, D der Diffusionskoeffizient des gelösten Elementes und r der Radius der Cottrell-Wolke. Da r mit $4 b$ angenommen wird, ergibt sich

$$\dot{\epsilon}_c = D \rho$$

Von den Einflüssen der Versetzungen bleibt noch deren Anordnung zu betrachten. Häufig werden beim Verformen dreidimensionale Knäuel und Anordnung auf Zellwänden mit freien Zwischenräumen beobachtet.^{44, 13} Das ist auch bei Titan der Fall.²¹ Köster und Speidel⁴⁴ stellen fest, daß die Versetzungen nicht vom Korninneren ausgehend an den Korngrenzen aufstauen, sondern daß sie aus einer Korngrenze austreten und gegen die andere aufstauen. Die Zwillingsgrenzen wirken dabei wie Korngrenzen.⁴⁴

R.J. Wasilewski³⁵ hält die Versetzungsanordnung für die entscheidende Ursache der ausgeprägten Streckgrenze bei Titan. Diese Arbeit stellt die bisher ausführlichste Untersuchung der Streckgrenze an Titan dar. Wasilewski geht davon aus, daß sich die Versetzungen bei rekristallisierender Glühung zu einem geordneten Netzwerk formieren. Dieses Netzwerk wird aufgelöst, wenn bei zu hohen Temperaturen (650°C) Versetzungsklettern in stärkerem Maße einsetzt. Es wird andererseits durch niedrigere Vorglühungen um 475°C stabilisiert. Das Zer-

reißen dieses Netzwerkes bei der Verformung soll den Spannungsabfall bewirken.

Zur Kernfrage, ob auch bei Titan interstitielle Elemente die ausgeprägte Streckgrenze beeinflussen, liegen sehr unterschiedliche und noch ungenaue Angaben vor.

A.T. Churchman⁸ stellt erstmals fest, daß unterhalb 0,01 Gew.-% Sauerstoff plus Stickstoff keine Streckgrenze mehr auftritt. R.I. Jaffee, F.C. Holden und H.R. Ogden⁵⁹ finden eine Streckgrenze bei stickstoffhaltigem Titan.

Die umfangreichsten Untersuchungen über den Einfluß der Einlagerungselemente Sauerstoff, Stickstoff und Kohlenstoff auf die Ausbildung einer Streckgrenze stammen von H. Margolin und K. Hall.⁶ Außer bei Kohlenstoff werden Streckgrenzeneffekte nachgewiesen. Die Ergebnisse sind jedoch durch die Ungenauigkeit der Prüfeinrichtung von geringer Aussage.

R.J. Wasilewski³⁵ vermißt bei Titan jede Übereinstimmung mit der Cottrell-Theorie und hält Einlagerungs-Versetzungswirkungen in dichtest gepackten Metallen wegen der niedrigen Stapelfehlerenergie grundsätzlich für unmöglich. Wasilewski findet bei 500 ppm Sauerstoff scharfe Spannungsabfälle. Bei handelsüblichem Titan ist die Streckgrenze schwächer ausgeprägt und bei sehr hohen Sauerstoffgehalten von 4600 ppm nur noch durch Duplexglühung zu erhalten. Dennoch stellt Wasilewski fest, daß nach seinen Untersuchungen keine systematische Abhängigkeit zwischen Einlagerungsgehalt und Spannungsabfall besteht.

H. Conrad und R. Jones³⁷ finden für Titan einen temperaturabhängigen Einfluß des Einlagerungsgehaltes auf den thermischen Anteil der Spannung an der Streckgrenze. Bei 0°K hängt der thermische Anteil von der Wurzel des Einlagerungsgehaltes, gemessen in Sauerstoffäquivalenten ab. 1 Sauerstoffäquivalent = % O x 1 = % N x 2 = % C x 2/3. Die Ausprägung der Streckgrenze nimmt mit dem Sauerstoffgehalt zu. Andererseits wird festgestellt,

daß die einzelne Kraft-Abstands-Wechselwirkung zwischen Versetzung und Einlagerungsatomen vom Gehalt der Einlagerungs-atome im Titan unabhängig ist.

Die Grundlagen der Wechselwirkung von Versetzungen und Sauerstoff in Titan werden von D. Gupta und S. Weinig⁶⁰ anhand von Dämpfungsmessungen erörtert. Die Losreißdehnung einer Versetzung von den Sauerstoffatomen wird wie folgt errechnet:

$$\mathcal{E} = \left(\frac{G C_0}{E b^3} \right) \exp \left(- \frac{G}{RT} \right)$$

Darin ist G die freie Bindungsenergie für ein Atom und C_0 die Konzentration des gelösten Elementes an der Versetzung. Für Sauerstoff in Titan wird die geringe Bindungsenergie von 0,015 ev errechnet (Kohlenstoff in Fe = 0,50 ev). Gupta und Weinig leiten daraus eine höhere kritische Konzentration zur Ausbildung einer Streckgrenze durch Sauerstoff im Titan ab. Es wird außerdem abgeleitet, daß die Verminderung des Formänderungsvermögens von Titan durch Blockierung der Versetzungen mit Sauerstoffatomen erfolgt. Die völlige Sättigung der Versetzungen mit Sauerstoffatomen soll bei 0,6 Gew.-% erfolgen. Dies wird gleichzeitig als Spröbruchgrenze gemessen.

Der Einfluß von Einlagerungselementen auf die allgemeinen mechanischen Eigenschaften des Titans wurde bereits frühzeitig untersucht.^{61, 62, 63} Wegen der Verminderung des Formänderungsvermögens erstrecken sich diese Untersuchungen jedoch nicht über 1 Gew.-% hinaus.

W.L. Finlay und J.A. Snyder berichten auch über die Veränderung der Gitterparameter des Titans durch Einlagerungselemente. A.T. Churchman⁶⁴ stellt eine unterschiedlich starke Zunahme des kritischen Schubmoduls durch Sauerstoff und Stickstoff in den verschiedenen Gleitebenen von Titan fest.

Die Sauerstoffatome besetzen die Oktaederlücken des Titan-gitters. Nach Churchman⁶⁴ gibt es abwechselnd verfügbare und

verbotene Lücken (s. Bild 3). Die verfügbaren Plätze liegen in der Elementarzelle bei $(1/3 \ 2/3 \ 1/4)$. Churchman gibt eine graphische Darstellung der Sauerstoffatome in Bezug auf die verschiedenen Gleitebenen. Die Darstellung entspricht jedoch Ti_2O , während bei den realen Legierungen nur ein verschwindender Bruchteil der Plätze besetzt ist. Bei Gehalten an Sauerstoff über 9 At.-% kann eine interstitielle Ordnung auftreten⁶⁵ (s. Bild 4). Dieser Bereich ist jedoch gleichfalls ohne Beziehung zur ausgeprägten Streckgrenze.

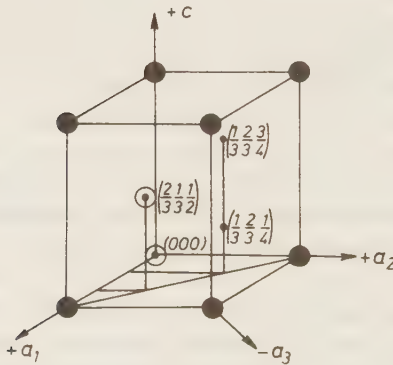


Bild 3: Elementarzelle des Titans nach Churchman⁶⁴

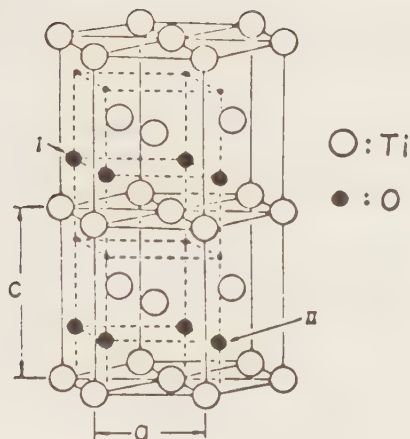


Bild 4: Ordnungszustände von Sauerstoff in Titan
nach Hirabayashi u.a.⁶⁵

Wie eingangs erwähnt, können auch substitutionell gelöste Elemente ausgeprägte Streckgrenzen hervorrufen. M. Evers⁴ nimmt wie üblich Wechselwirkung mit Versetzungen an. Die erforderlichen höheren Gehalte werden mit der geringeren Wechselwirkung der auf den regulären Gitterplätzen sitzenden Atome erklärt. U. Heubner und V. Schumacher¹⁷ geben für Messing eine Grenzkonzentration von 1 % Zn an. Die zahlreichen vorliegenden Untersuchungen an Kupferlegierungen^{20, 44, 17} ergeben als Ursache Nahordnungseffekte. Bei Titan wurden substitutionelle Elemente in ihrer Auswirkung auf die Streckgrenze kaum untersucht. Es wird lediglich berichtet, daß Al keine Streckgrenze hervorruft.⁵⁹ Der Einfluß kleiner Eisengehalte auf die mechanischen Eigenschaften wurde untersucht.⁶² Eine Streckgrenze wurde dabei nicht festgestellt.

Im Zusammenhang mit den Gehalten an substitutionellen Elementen stellt man auch eine Verbindung zur Valenzelektronenkonzentration her.^{20, 44}

E. Houdremont⁹ weist darauf hin, daß bei Stahl hoher Festigkeit durch Ausscheidung der Effekt des Losreißen der Kohlenstoffatome nicht mehr als ausgeprägte Streckgrenze nachweisbar ist.

Der Einfluß der Vorverformung auf die Ausbildung der Streckgrenze wurde verhältnismäßig spät entdeckt. Keiner der frühen Berichte über Streckgrenzen an Titan^{5, 3, 8, 6} erwähnt einen entsprechenden Zusammenhang. Erst Wasilewski³⁵ erkennt die Bedeutung der Vorverformung vor der rekristallisierenden Glühung. Eine nähere Beziehung wird jedoch nicht gegeben, da fast ausschließlich 93 % verformt wurde.

Über den Einfluß der Prüftemperatur auf die Ausbildung der Streckgrenze bei Titan wurde bereits zu Beginn des Abschnitts 2.3 berichtet. Bei Titan ist eine Streckgrenze zwischen -196 und +400° C festgestellt worden.^{35, 33} Auf den thermischen Anteil der Spannung wurde bereits hingewiesen.

Die obere Streckgrenze zeichnet sich allgemein durch eine stärkere Temperaturabhängigkeit als die untere Streckgrenze aus. *Guy-Guy* nimmt deshalb mit fallender Temperatur zu.^{66, 49}

Das weist auf das Losreißen der Versetzungen von den Cottrell-Wolken als wahrscheinlichen Mechanismus hin. Einige Autoren finden, daß die Schärfe des Spannungsabfalls bei Titan zwischen 80 und 180° C ein Maximum erreicht.^{33, 37}

Die ausgeprägte Streckgrenze hängt von der Glühbehandlung sowie Abkühlung und damit vom Gefüge und Korndurchmesser ab. Die Ausbildung nimmt mit zunehmender Korngröße ab.⁹ Die bereits erwähnte zweite Cottrell-Theorie²⁵ gibt eine Erklärung dazu. Für Stahl⁶⁷ und Kupferlegierungen^{20, 17} liegen Messungen der Grenzkorngröße, oberhalb der keine Streckgrenze mehr auftritt, vor. Nach diesen Untersuchungen beginnt der Fließbereich bei

einer unteren und endet bei einer oberen kritischen Korngröße. Die Fließbereichslänge durchläuft ein Maximum bei relativ kleiner Korngröße. Die Fließspannung der Stähle gehorcht der genannten Korngrößenbeziehung nach Petch. Dies ist auch für Kupferlegierungen^{20, 44} und Titan^{35, 21, 37} der Fall. Für Titan wird in einem Fall die sehr geringe Grenzkorngröße von $20\text{ }\mu\text{m}$ angegeben.³⁷ In einem anderen Fall³⁸ wird nach bewußter Erzeugung verschiedener Korngrößen durch unterschiedliche Vorverformung bei $10\text{ }\mu\text{m}$ eine stark ausgeprägte Streckgrenze und bei $35\text{ }\mu\text{m}$ noch ein Knick erhalten. Einkristallversuche sind nicht vergleichbar.

Wie Untersuchungen an Titan gezeigt haben, weist Feinkorn im unverformten Zustand sowie nach Umformung höhere Versetzungsdichte als grobkörniges Gefüge auf.²¹ Dies wird demnach als eigentliche Ursache des Petch-Effektes angesehen.³⁶ In diesem Zusammenhang sei erwähnt, daß Petch in einer neueren Arbeit⁶⁸ seine Überlegungen auch auf die obere Streckgrenze ausdehnt:

$$\sigma_{uy} = \sigma_0'' + \Delta\sigma_0 \log(1/Nl^3) + kd^{-1/2}$$

Darin ist σ_0'' der Wert, den die Reibungskraft hätte, wenn alle Körner verformt würden, $\Delta\sigma_0$ die durch zehnfache Änderung der Verformungsgeschwindigkeit hervorgerufene Änderung der inneren Reibung, N die Anzahl Körner pro Volumeneinheit, die bei σ_{uy} tatsächlich verformt werden. Wie Hahn, versucht auch Petch, damit die Kernfrage nach der Ursache der Spannungsüberhöhung anzugehen.

Glühtemperatur und -Zeit haben vor allem in dem Maße Einfluß auf die Streckgrenzenausbildung, in dem sie die erforderliche Korngröße liefern. Für Kupferlegierungen wird darüber ausführlich berichtet.^{12, 20, 44} Der Einfluß der Glühtemperatur auf die Ausbildung der Streckgrenze bei Titan wird von R.J. Wasilewski³⁵ eingehend untersucht. Bei einstündigen Glühungen findet Wasilewski Streckgrenzeneffekte lediglich im Bereich von $500 - 650^\circ\text{C}$. Dies Ergebnis wurde sowohl bei relativ reinem,

als auch bei Titan mit höheren Zusätzen an Einlagerungselementen gefunden. Die Ausbildung der Streckgrenze war beim relativ reinen Material optimal. Es wurden auch längere Glühzeiten untersucht. Bei den Proben mit Streckgrenzeeffekten lag rekristallisiertes Gefüge vor. Wie bereits erwähnt, nimmt Wasilewski als Ursache der ausgeprägten Streckgrenze bei Titan die Bildung von bestimmten Versetzungsstrukturen an, die an der Streckgrenze zerreißen. Wasilewski erklärt das Ausbleiben der Streckgrenze nach Glühungen ab 650° mit dem Abbau der Versetzungsstrukturen durch Versetzungsklettern. Duplexglühungen $400^{\circ}/1\text{ h} + 575^{\circ}/1\text{ h}$ sollen die Versetzungsstrukturen stabilisieren.

Glühtemperatur und -Zeit können die Streckgrenze aber auch über die Bildung einer neuen Phase aus dem Mischkristall beeinflussen. R. Ergang und S. Welz¹² haben festgestellt, daß β -Ausscheidungen in Cu Zn 37 die Streckgrenze unterdrücken. Andererseits wurden Streckgrenzen zuerst an $\alpha + \beta$ -Messing gefunden.⁶⁹ Für Titan wird ebenfalls über das Verschwinden der Streckgrenze nach Glühung im $\alpha + \beta$ - oder β -Bereich berichtet.⁵⁹

Schroffes Abkühlen führt bei Stahl, wie bereits erwähnt, zum Ausbleiben der Streckgrenze. Ein ähnliches Verhalten wird bei Kupferlegierungen festgestellt.^{12, 20, 44} Eine Anlaßbehandlung führt in beiden Fällen zu ausgeprägter Streckgrenze. Ganz anders liegen die Verhältnisse bei Titan. Hier wird sowohl bei Ofen-, als auch Luft- und Wasserabkühlung eine gleichartige ausgeprägte Streckgrenze erhalten.³⁵

Die ausgeprägte Streckgrenze von Titan wird nach Untersuchungen von Wasilewski³⁵ nicht an sich durch Textur hervorgerufen. Bei Zirkonium wurde ein Einfluß der Textur auf die Ausprägung der Streckgrenze gefunden. Querproben weisen höhere Ausprägung auf.⁷⁰ Für Stahl werden ebenfalls Abhängigkeiten von der Art der Kaltverformung und der Prüfrichtung angegeben.⁷

Die Probengröße hat nach Köster und Speidel⁴⁴ erheblichen Einfluß auf die Ausbildung der Streckgrenze. Bei konstanter Korngröße wächst mit der Probengröße die Zahl der Körner, die an der Streckgrenze zur Dehnung beitragen. Da die kritische Schubspannung in allen diesen Körnern unterschiedlicher Orientierung erreicht werden muß, und sich die Körner untereinander abstützen, steigt auch die Streckgrenze an. Nach Untersuchungen von G. Birkbeck und R.M. Douthwaite⁶⁷ ist die ausgeprägte Streckgrenze jedoch unabhängig vom Probendurchmesser-Korngrößen-Verhältnis.

Zwillingsbildung kann ganz erhebliche streckgrenzenähnliche Effekte hervorrufen, wie an Titan-Einkristallen gezeigt wurde.^{71, 72} Eine Erklärung polykristalliner Effekte durch Zwillingsbildung erscheint fraglich.⁶ Nach Wasilewski⁷³ könnten bestenfalls gerundete Effekte erwartet werden, da sich die Zwillingsbildung über einen Dehnbereich erstreckt. Ein Einfluß auf die Streckgrenze besteht aber durch die den Korngrenzen gleichende Hinderniswirkung der Zwillingsgrenzen.⁴⁴

Es sei darauf hingewiesen, daß die ausgeprägte Streckgrenze bei Reckalterung von Stahl keine Erhöhung der Dauerfestigkeit bringt.⁷ Die Ausprägung der Streckgrenze bei Titan technischer Reinheit nimmt mit dem Verhältnis der Lastwechsel zur Lebensdauer ab.³⁸

Die "Wiederherstellung" der Streckgrenze, die eingangs als erneute Ausbildung an derselben Probe definiert wurde, unterliegt ähnlichen Einflüssen wie die originale Streckgrenze. Die Wiederherstellung der Streckgrenze bei Stahl und Kupferlegierungen durch Anlassen nach Abschreckung beruht auf der inhomogenen Kohlenstoffverteilung bzw. Herstellung der Nahordnung. Bei Stahl erfolgt die Wiederherstellung auch nach dem Walzen zur Beseitigung der Streckgrenze bei längerer Raumtemperaturlagerung. Dabei wird in Querproben frühere und stärkere Streckgrenzenrückbildung beobachtet.⁷⁴

Bei Titan ergibt sich nach Durchlauf der Streckgrenze bei

sofortiger erneuter Prüfung keine Wiederherstellung.^{5, 35}
An Einkristallen wird auch nach längerer Raumtemperaturlagerung keine Wiederherstellung gefunden.⁸ Nach anschließender Glühung zwischen 180 und 400° wird sowohl bei Einkristallen⁸ als auch bei polykristallinem Material⁵ eine Wiederherstellung angegeben. Wasilewski³⁵ findet dagegen nur dann eine Wiederherstellung, wenn die anschließende Glühung nicht wesentlich unter der ersten, d.h. bei 500° liegt. In allen genannten Fällen wird jedoch eine wesentlich schwächere Ausbildung als bei der ersten Prüfung festgestellt. Sowohl Spannungsüberhöhung als auch Fließbereichslänge sind bei der Wiederherstellung verringert.³⁵

2.5 Mechanische Eigenschaften

Die Untersuchung der mechanischen Eigenschaften des Titans ist Gegenstand zahlreicher Arbeiten, von denen nur die im Zusammenhang mit der vorliegenden Abhandlung wichtigsten erwähnt werden können.

Die mechanischen Eigenschaften hängen in erster Linie vom Gehalt an interstitiellen Elementen ab. Bereits die frühesten Arbeiten auf diesem Gebiet^{61, 63, 62, 6} befassen sich mit dem starken Einfluß von Stickstoff, Sauerstoff und Kohlenstoff auf die mechanischen Eigenschaften von Jodid-Titan. Wegen der Verminderung des Formänderungsvermögens durch Sauerstoff und Stickstoff sowie der beschränkten Löslichkeit des Kohlenstoffs wurden aber nur Zusätze bis max. 1 Gew.-% untersucht. Eingehende Betrachtungen der Löslichkeitsverhältnisse von Stickstoff, Sauerstoff und Kohlenstoff werden in diesem Zusammenhang von R.I. Jaffee, H.R. Ogden und D.J. Maykuth⁶³ angestellt. D. Gupta und S. Weinig⁶⁰ finden anhand von Dämpfungsmessungen und Messungen der Gleichmaßdehnung einen plötzlichen Abfall des Formänderungsvermögens bei etwa 0,6 Gew.-% O. In den vorstehend genannten Arbeiten^{61, 63, 62} ist bis dahin aber schon eine stetige Abnahme der Bruchdehnung auf sehr geringe Werte festgestellt worden. Entsprechend steigen Härte und Festigkeitseigenschaften stark an. Der Stickstoff wirkt dabei doppelt so hartend wie Sauerstoff. Kohlenstoff ergibt trotz größter Gitteraufweitung aber wegen geringer Veränderung des c/a -Ver-

hältnisses sehr geringe Härtung.⁶² Bei Zusatz von zwei interstitiellen Elementen ergeben Stickstoff plus Kohlenstoff etwas geringere, Stickstoff plus Sauerstoff und Sauerstoff plus Kohlenstoff etwas höhere als additive Härtung.^{62, 63} Sowohl Finlay und Snyder⁶² als auch Jaffee, Holden und Ogden⁵⁹ finden für dieses interstitiell dotierte Titan einen Umrechnungsfaktor von 2,5 zwischen Bruchfestigkeit und Vickershärte. Die Verfestigung des Jodid-Titans durch Stickstoff ist so hoch, daß die Bruchfestigkeit bereits ab 0,25 Gew.-% durch Verminderung des Formänderungsvermögens wieder abfällt.⁶³ Die Kaltverfestigung des interstitiell dotierten Titans wurde ebenfalls untersucht.^{61, 63} Beim Kaltwalzen von Ti mit 0,5 Gew.-% Sauerstoff werden ab 70 %, mit 0,25 Gew.-% Stickstoff ab 50 % Verformung Risse erhalten.⁶¹ Damit ist ein Hinweis auf die Kaltverarbeitbarkeit gegeben. Höhere als die angegebenen Gehalte erscheinen technisch uninteressant. Margolin und Hall⁶ untersuchten ferner die Temperaturabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften von Titan mit interstitiellen Gehalten. Dehnung und Einschnürung der Legierungen weisen angeblich starke Schwankungen auf. Stickstofflegiertes Jodid-Titan ist in Hinsicht auf mech. Eigenschaften incl. Kerbschlagzähigkeit auch in einer weiteren Arbeit⁵⁹ untersucht worden. Legieren mit Wasserstoff entfällt praktisch wegen Bildung von Hydridplatten und der damit verbundenen Verminderung des Formänderungsvermögens, selbst bei sehr kleinen Gehalten.⁵⁹

Der Einfluß kleiner Gehalte an Substitutionselementen auf die mechanischen Eigenschaften von Jodid-Titan wurde nur in Form von Eisenzusätzen untersucht.⁶² Eisen ergab nur geringe Festigkeitssteigerung.

Die mechanischen Eigenschaften können wie üblich auch durch Kaltumformen oder Glühen beeinflusst werden. So wird z.B. das Formänderungsvermögen durch die Korngröße beeinflusst. E. Bohanek⁷⁶ findet bei ca. 45 μm mittlerem Korndurchmesser ein Überwiegen der Zwillingsbildung als Verformungsmechanismus. Bei dieser Korngröße ist das Formänderungsvermögen wesentlich kleiner als bei Korngrößen mit überwiegender Gleitung. K. Sagel

und U. Zwicker⁷⁷ finden texturbedingte Härteunterschiede an stranggepreßten Stangen und warmgewalzten Blechen. H.W. Wagener⁷⁸ untersucht den Einfluß der Umformgeschwindigkeit und -temperatur auf die Härte von Titan. R. Reinbach⁷⁹ stellt die Abhängigkeit der Härte von Temperatur und Zeit auf und findet die Gleichung von F.R. Larson und J. Salmas⁸⁰ für volle Erweichung bestätigt:

$$T (20 + \log t) = 18\,500$$

Reinbach untersucht ferner höhere Gehalte an substitutionellen Legierungselementen. I. Obinata und K. Nishimura⁸¹ geben einen umfassenden Überblick über die Erweichung 10 - 80 % verformter Proben nach 1/2 h Glühungen. Die "Erweichungstemperatur", die mit dem Beginn der Rekristallisation zusammenfällt, sinkt von 550° C nach 10 %, auf 475° nach 80 % Verformung. Bei kleinen Verformungsgraden (10 - 30 %) findet Obinata eine merkwürdige Vorstufe der Erweichung bei 350°.

K. Bungardt und K. Rüdinger⁸² geben in einer ausführlichen Abhandlung sämtliche mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit von Verformungsgrad und Glühbehandlung. Es wurden Verformungsgrade von 2 - 90 %, Glühtemperaturen von 300 - 1000° C sowie Glühzeiten von 1 - 7200 sec untersucht. Es wird die übliche Austauschbarkeit von Glühtemperatur und -Zeit gefunden. Verformungen über 30 - 50 % haben keinen Einfluß auf die Korngröße nach der Rekristallisation.

Eine Übersicht über die mechanischen Eigenschaften des Titans geben auch F. Bollenrath und H. Feldmann⁴¹. Die Abhängigkeit von Glühtemperatur und -Dauer nach verschiedenen Verformungsgraden wird dargestellt. Bei Glühtemperaturen um 300° werden leichte Aushärtungserscheinungen beobachtet. Der Ausdruck $T (20 + \log t) = 18\,500$ für volle Erweichung wird ebenfalls bestätigt. Die Änderung der Eigenschaften mit der Kaltumformung wird betrachtet. Die Fließgrenze wird in Abhängigkeit von kleinen Vorverformungen untersucht. Die Vorstufe der Erweichung nach Obinata⁸¹ wird mit Erholungsvorgängen erklärt.

Grundlegende Betrachtungen über den Deformationsmechanismus von Titan-Einkristallen werden von E.D. Levine⁷⁵ sowie N.E. Paton und W.A. Backofen⁷² angestellt.

2.6 Rekristallisation

Rekristallisation und Korngröße sind nicht nur für die physikalischen und mechanischen Eigenschaften⁸³ einschließlich der ausgeprägten Streckgrenze, sondern auch für die Technologie der Metalle von ausschlaggebender Bedeutung. Es hat deshalb nicht an Versuchen gefehlt, das Rekristallisationsverhalten des Titans aufzuklären. Nach der Abschätz-Gleichung $T_R = 0,4 T_S$ kommt man auf eine Rekristallisationstemperatur von ca. 500°C . Praktisch übliche Weichglühungen liegen im Bereich $650^{\circ}/1 \text{ h}$. Das erste ausführliche Rekristallisationsdiagramm für technisches Titan stammt von I. Obinata und K. Nishimura.⁸¹ Es wurden 30minütige Glühungen bis 900°C an 3 - 80 % verformten Proben zugrunde gelegt. Mit der genannten Verformung nimmt der Beginn der Rekristallisation von 600 auf 525 und das Ende von 725 auf 600°C ab. Die bei 900° geglühten Proben zeigen wegen beginnender Umwandlung feineres Korn als die 850° geglühten. Der kritische Verformungsgrad wird mit 2 - 5 % angegeben.

Ähnlich frühe Untersuchungen stammen von K. Sagel und U. Zwicker⁷⁷. Darin wird die Rekristallisationstemperatur in Zusammenhang mit den Gleitmechanismen betrachtet. Der Beginn der Rekristallisation wird bei $400^{\circ}/1 \text{ h}$ gefunden.

Die umfangreichsten praktischen Rekristallisationsversuche an Titan wurden von K. Bungardt und K. Rüdinger⁸² durchgeführt. Es wird die Glühzeit zum Erreichen bestimmter Korngrößen in Abhängigkeit von Glühtemperatur und Verformungsgrad tabellarisch angegeben. Bei 20 und 70 % Verformung wird ein Rekristallisationsdiagramm für Kurzzeit-Hochglühung aufgestellt. Im Vergleich zu Obinata werden etwas höhere Rekristallisationstemperaturen gefunden. Erholung und Rekristallisation lassen sich schwer trennen. Der kritische Verformungsgrad liegt zwischen 2 und 10 %.

Das β -Korn neigt wesentlich stärker zum Kornwachstum. Grobkorn wird deshalb erst nach Erreichen des β -Bereiches gebildet.

Wie bei anderen Metallen besteht auch bei Titan die Möglichkeit, unerwünschtes Kornwachstum durch Behinderung der Korngrenzenwanderung mittels zulegiierter Substitutionselemente zu bremsen. Eingehende Untersuchungen haben die besondere Wirksamkeit von Ag, Hf, Cr und Sn erwiesen.^{79, 84}

Einen grundlegenden Beitrag zum Verständnis der Rekristallisation von Jodid-Titan leistet vor allem die Arbeit von H. Hu und R.S. Cline.⁸⁵ Nach Erzeugung eines gleichmäßigen Ausgangskorns wurde 94 % verformt und zwischen 300 und 600° C 1 - 3000 min geglüht. Die Rekristallisation wurde anhand der Härte sowie mikroskopischer und elektronenmikroskopischer Untersuchungen verfolgt. Erste Anzeichen von Rekristallisation wurden unter Nachweis von Großwinkelkorngrenzen nach 400°/1 min festgestellt. Die Versetzungsdichte hellt dabei schon auf. Es wird die Bildung polygonisierter Subkörner als Vorstufe der Rekristallisation beobachtet. Titan rekristallisiert also auf die übliche Weise. Die rekristallisierten Körner wachsen in der Matrix, bis das Ende der Rekristallisation bei 400° C/625 min erreicht ist. Danach erfolgt weiteres Kornwachstum. Die Rekristallisation erfolgt in situ, d.h. ohne Texturänderung. Rekristallisationstextur bildet sich nur bei höheren Temperaturen und auch nicht vor Beendigung der Primärrekristallisation aus. Das Wachstum des Korndurchmessers folgt der Beziehung:

$$D = K t^n$$

Darin ist K ein Temperaturparameter, t ein Zeitparameter und n entspricht 1/3. Die logarithmische Auftragung der reziproken Rekristallisationstemperatur und -Zeit ergibt nach der Gleichung $\ln G = \ln G_0 - \frac{Q}{RT}$ mit der Steigung dieser Geraden die Aktivierungsenergie der Rekristallisation. Hu und Cline finden 2 Aktivierungsenergien, oberhalb 500° C ca. 73, unterhalb ca. 48 Kcal/Mol.

Abschließend sei auf einige Besonderheiten des Gefüges nach raschem Abkühlen aus dem β -Gebiet eingegangen. Während im

α -Gebiet globulares Korn vorliegt, tritt mit der martensitischen Umwandlung grobes Widmannstättensches Gefüge auf. Jodid-Titan zeigt ausnahmslos großflächiges "Sägezahngefüge"^{61, 62, 63, 59}, während Zusätze von Stickstoff und in schwächerem Maße auch Sauerstoff nadeliges "Korbgeflechtgefüge" hervorrufen.⁶¹ Das Korbgeflechtgefüge wird durch die gleichzeitige Anwesenheit von geringen Wasserstoffgehalten begünstigt.⁵⁹

Ziel der Arbeit

Die Zielsetzung der Arbeit bestand in der systematischen Untersuchung der ausgeprägten Streckgrenze des Titans, über die bisher nur Teilergebnisse und größtenteils unsichere Beobachtungen vorliegen. Daraus ergab sich zunächst die Aufgabe, das Existenzfeld der Streckgrenze unter verschiedensten Bedingungen abzustecken. Voraussetzung war eine Verbesserung der Reproduzierbarkeit der Streckgrenzenmessung.

Kernpunkt war die Frage nach dem Einfluß interstitieller Elemente im Sinne der bei Stahl vorliegenden Verhältnisse. Hier interessierte besonders der Sauerstoff, der als Begleiter und als Zusatz zur Festigkeitseinstellung im technischen Titan stets vorliegt. Die Untersuchungen wurden deshalb vorwiegend auf die technisch genormten Titansorten ausgerichtet, jedoch durch Untersuchungen an Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen ergänzt.

Im Mittelpunkt der Untersuchungen standen die Wärmebehandlung sowie Abkühlung und damit Rekristallisation und Gefügeausbildung des Titans. Wesentliches Ziel war auch, Aufschluß über den bisher wenig erforschten Einfluß des Vorverformungsgrades und die Bedingungen der "Wiederherstellung" der Streckgrenze zu erhalten.

Als Nebenergebnisse konnten mechanische Eigenschaften und Kornwachstum in Zusammenhang mit den untersuchten Titansorten und Zuständen erwartet werden.

4. Material und Probenherstellung

Als technisches Ausgangsmaterial wurden alle nach DIN 17 850 genormten Titansorten herangezogen. Die chemische Zusammensetzung gibt Tabelle 1. Die angelieferten Titansorten wurden gemäß ihrer Werkstoffnummer mit einer eigenen Kurzbezeichnung versehen. Die für diese Kurzbezeichnung angegebenen Versuchsergebnisse gelten aber streng nur für die betreffende Lieferung und nicht grundsätzlich für jeden derselben Normklasse entsprechenden Werkstoff.

Tabelle 1

Werkstoff-Nr. nach DIN	eigene Bez.	Sauerstoff nach DIN Gew.-% $\approx$	Gew.-%				
			O	N	C	H	Fe
3.7025	Ti 25	0,1	0,051				
3.7035	Ti 35a	0,2	0,100				
	Ti 35	0,2	0,115	0,014	0,022	0,0035	0,11
3.7055	Ti 55	0,25	0,143				
3.7065	Ti 65	0,30	0,290				

Nach der vorliegenden Analyse ergibt sich der Eindruck, daß der Sauerstoffgehalt der ersten drei Sorten in der Norm zu hoch angegeben wird.

Mit Hilfe der Mikroröntgenfluoreszenzanalyse wurde eine vergleichende Untersuchung der Fe-Gehalte durchgeführt. Die angelieferten Stangen wurden nach einer Kaltumformung von 80 % sowie nach einer Homogenisierungsglühung von 950° 2 h/W über den Querschnitt untersucht.

Ti 25 und Ti 65 sowie die noch zu besprechende Probe S 4 ergeben danach einen sehr niedrigen und gleichmäßigen Fe-Pegel, der dem des verglichenen Jodid-Titans entspricht und auch durch die Homogenisierungsglühung nicht beeinflusst wird. Der Fe-Gehalt liegt offensichtlich unter der maximalen Löslichkeit im α -Mischkristall, die 0,016 Gew.-% betragen soll.⁸⁶ Ti 35a weist im nicht homogenisierten Zustand etwas höhere Fe-Gehalte mit

leichten Konzentrations-Spitzen auf. Ti 55 und Ti 35 zeigen die höchsten Fe-Gehalte und starke Spitzen durch FeTi-Ausscheidungen. Ti 55 ist am ungleichmäßigsten. Nach der Homogenisierungsglühung sind die Konzentrationsspitzen eingeebnet. Ti 55 und Ti 35 liegen dabei auf gleicher Höhe. Ein Rand-Kern-Unterschied tritt nicht auf.

Die Anlieferung erfolgte in Form weichgeglühter Stangen.

Tabelle 2 gibt Abmessung, Anlieferungshärte und die höchste bei den Versuchen aufgebraachte Verformung an.

Tabelle 2

Bez.	Festigkeit nach DIN 17 682 Kp/mm ²	HB 30 nach DIN 17 682 ≈	HB 30 gemessen	Liefer- abmessung mm ϕ	verformt auf mm ϕ	Umform- grad %
Ti 25	30 - 42	120	113	18	8	80
Ti 35a	40 - 55	150	170	12	5,8	75
Ti 35	40 - 55	150	161	15,2	8	73
Ti 55	47 - 60	170	207	16,6	8	77
Ti 65	55 - 75	200	215	15,5	8	74

Die Anlieferungshärte entspricht also der Norm. Die Anlieferungsgefüge sind in Bild 5 - 9 wiedergegeben.

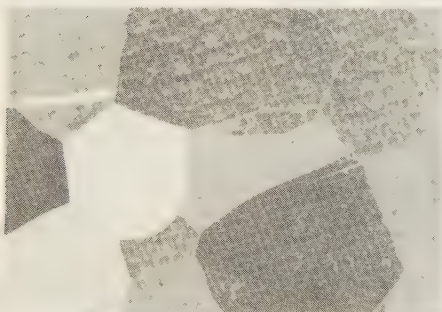


Bild 5: Ti 25 Anlieferungszustand

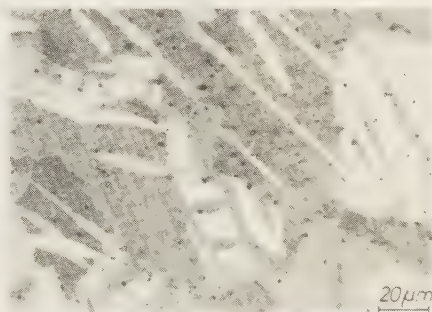


Bild 6: Ti 35a Anlieferungszustand

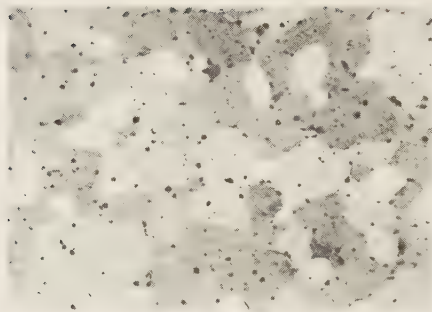


Bild 7: Ti 35 Anlieferungszustand

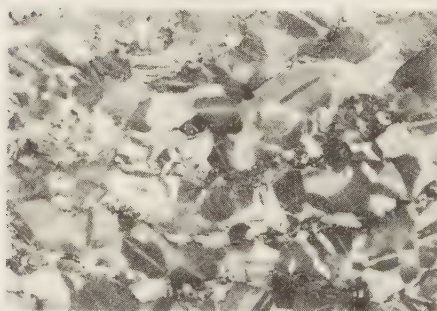


Bild 8: Ti 55 Anlieferungszustand

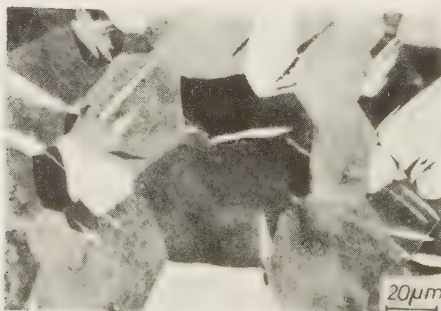


Bild 9: Ti 65 Anlieferungszustand

Ti 25 und Ti 65 zeigen rekristallisiertes α -Gefüge hoher Reinheit. Die anderen Werkstoffe zeigen FeTi-Ausscheidungen. Ti 35 weist durch den Fe-Gehalt wesentlich kleinere Korngröße auf. Ti 55 hat durch inhomogene FeTi-Ausscheidungen sogar Duplexkorn entwickelt.

Als Ergänzung der handelsüblichen Titansorten wurden Proben mit 0,4, 0,5, 0,6 und 0,75 Gew.-% Sauerstoff hergestellt. Ausgangsmaterial war Titanschwamm mit 560 ppm O und 250 ppm Fe. Geschmolzen wurde unter Argon in einem Lichtbogenofen, wie von U. Zwicker⁸⁷ beschrieben. Die Zugabe des Sauerstoffs erfolgte gasförmig. Da die Einleitung des Sauerstoffs in den Ofenraum nicht genau dosierbar war und die Sauerstoffaufnahme des Titans im thermodynamischen Gleichgewicht erfolgte, mußte über Vorlegierung gearbeitet werden. Es wurden Vorlegierungen mit 1 - 2 % Sauerstoff hergestellt. Der Sauerstoffgehalt wurde aus der Gewichtszunahme bestimmt. Da die Proben mehrfach gewendet und durchgeschmolzen wurden, kann eine gleichmäßige Sauerstoffverteilung angenommen werden. Die an allen Stellen gleiche Oberflächen- und Schnitthärte bestätigt dies. Mit der Vorlegierung wurden Schmelzbarren der genannten Zusammensetzung erschmolzen. Die Barren hatten ein Gewicht von ca. 60 g und ca. 12,7 mm Durchmesser. Der Schmelzverlust betrug in allen Fällen nur wenige mg, wie auch Blindversuche bestätigten. Die Härte der Schmelzbarren gibt Tabelle 3.

Tabelle 3

Gew.-% Sauerstoff	HV 10	
0,4	275	
0,5	320	
0,6	340	
0,75	355	
1,34	415	Vorlegierung
1,80	450	—"

Die Barren wurden bei 820° in mehreren Stichen auf 8 ϕ gewalzt. Alle Proben ließen sich einwandfrei warmwalzen. Da sich die

Probe mit 0,5 % O aber nur noch 30 %, die Probe mit 0,6 % O kaum 10 % und mit 0,75 % O nicht einmal 1 % kaltumformen ließen, wurden diese Proben nicht weiter untersucht. Die Probe mit 0,4 % Sauerstoff, im Folgenden S 4 genannt, ließ sich dagegen noch gut kaltumformen. Der maximale Kaltumformungsgrad betrug 80 %. Tabelle 4 gibt die mechanischen Eigenschaften dieser Probe im verformten und weichen Zustand.

Tabelle 4

	80 % verformt	650° 1 h/W
σ_B	129	89 Kp/mm ²
$\sigma_{0,2}$	123	75 "
δ_{100}	5	24 %
ψ	29	42 %

Um den ungestörten Einfluß des Sauerstoffs feststellen zu können, mußte naturgemäß auch Jodid-Titan mit entsprechenden Zusätzen untersucht werden. Es bestand auch die Notwendigkeit, kleinere als die technischen Sauerstoffgehalte zu betrachten. Desgleichen konnten auch Stickstoff und Kohlenstoff nicht unberücksichtigt bleiben. Schließlich wurde noch das Eisen als hauptsächlichster substitutioneller Begleiter einbezogen. Tabelle 5 gibt einen Überblick über die hergestellten und untersuchten Proben.

Tabelle 5

Zusatz	Gew.-%					
	0,01	0,02	0,03	0,05	0,10	0,20
O	x		x	x	x	x
N				x	x	
C		x				
Fe				x		
Fe + O je				x		

Alle Proben wurden im Lichtbogenofen mit wassergekühltem Kupferbett unter Argon erschmolzen. Die Vorlegierungen wurden bei Sauerstoff und Stickstoff durch gasförmige, bei Kohlenstoff und Eisen durch feste Zugabe der reinen Stoffe erzeugt. Die Abmessung der Fertigbarren war ebenfalls 12,7 ϕ . Der geringe Schmelzverlust erlaubte auch bei den kleinsten Zugaben eine Ermittlung der Gehalte nach dem Gewicht. Tabelle 6 gibt die Gefügeausbildung und Härte der Schmelzbarren sowie der von 970^o abgeschreckten handelsüblichen Titansorten.

(S = Sägezahn-, N = nadeliges Gefüge; Beispiele s. Bild 10 und 11)

Tabelle 6

Zusatz	%	Gefüge	HV 10
-	-	S	93
O	0,01	N	115
	0,03	S	107
	0,05	S	117
	0,10	S	151
	0,20	S + N _{Rand}	196
	0,52	S + N _{Rand}	280
	0,75	S + N _{Rand}	350
N	0,05	S	151
	0,10	S	195
	0,571	N	360
C	0,02	S	100
	0,56	N + TiC	180

Noch Tabelle 6

Zusatz	%	Gefüge	HV 10
Fe	0,05	N	125
	1,02	N + TiFe	147
Fe + 0	je 0,05	S	143
Ti 25	-	S	119
Ti 35a	-	N	200
Ti 35	-	N	217
Ti 55	-	N	215
Ti 65	-	N	245

Eine genaue Zuordnung der Zusätze zur Ausbildung von Sägezahn- und nadeligem Gefüge ist, vermutlich wegen unterschiedlicher Abkühlung, nicht möglich. Die Härte wird vom Gefüge nicht berührt.⁶³



Bild 10: Sägezahngefüge
Ti 25 970° 1 h/w



Bild 11: nadeliges Gefüge
Ti 55 970° 1 h/w

Alle aufgeführten Werkstoffe wurden vor der Probenherstellung kaltverformt. Die Umformung erfolgte durch Rundhämmern. Als Standard-Vorverformung wurde ein Betrag von ca. 80 % gewählt. Dabei ergaben sich kleine Abweichungen aus Gründen der Probenvereinheitlichung. Am handelsüblichen Material wurden systematisch auch kleinere Umformgrade erzeugt. Um die Proben-gestalt in vergleichbarer Größe zu halten, mußte dabei teil-weise eine Zwischenglühung von $650^{\circ}/1\text{ h}$, die dem Anlieferungs-zustand nahekommt, eingeschaltet werden. Um 7 und 12 % Ver-formung zu erzielen, mußte außerdem nach der Zwischenglühung abgespannt werden.

Als Probenform wurden wegen der Einspannengenauigkeit nur Zug-proben mit Gewindeköpfen benutzt. Die Proben wurden grund-sätzlich vor der Glühbehandlung gedreht. Die Probenschultern erhielten den üblichen Rundungsradius von 4 mm. Tabelle 7 gibt den Durchmesser des Ausgangsmaterials, die untersuchten Umformgrade und die Probenabmessungen.

Tabelle 7

Material		Umformgrad %	Ausgangs- ϕ	d_0	l_t	l_v
handels- üblich	Ti 35	7	8	4,5	50	30
		12	8	"	"	"
		25	10	6,5	"	"
	Ti 35, Ti 65	55	"	"	"	"
	Ti 25, Ti 35a Ti 55		8	4,5	"	"
	außer Ti 35a	73 - 80	"	"	"	"
	Ti 35a	75	5,8	3,5	"	"
J-Ti dotiert		80	"	"	"	"
S 4		80	3,8	2,0	33	20

Versuchsdurchführung

Die vorverformten und gedrehten Proben wurden zur Entwicklung der Streckgrenze und Rekristallisation geglüht. Sämtliche Glühungen erfolgten in elektrisch beheizten Muffelöfen mit laufender Überwachung der Glühtemperatur. Die Glühdauer betrug aus Vergleichsgründen stets eine Stunde. Handelsübliche Proben wurden bis einschließlich 600°C an Luft geglüht, nachdem Vorversuche keine Beeinträchtigung des Gefüges und mechanischen Verhaltens ergeben hatten. Für Temperaturen oberhalb 600°C wurden die Proben nach sorgfältiger Entfettung in evakuierte Quarzrohre eingeschmolzen, um jede Einwirkung der Atmosphäre auszuschalten. Die Proben aus Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen wurden vor jeder Glühung eingeglast oder eingequarzt.

Es wurden Glühtemperaturen zwischen 300 und 970°C untersucht. Bei Bedarf wurde mit 25° , sonst mit 50° abgestuft. Standard-Glühtemperatur, insbesondere für alle vorklärenden Versuche, war 600°C . Bei Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen waren nur je 8 Proben möglich und die Auswahl der Glühtemperaturen dadurch beschränkt. Die handelsüblichen Titansorten mit niedrigen Umformgraden wurden nur im Bereich möglicher Streckgrenzeneffekte geglüht.

Der Einfluß der Abkühlungsgeschwindigkeit auf die Ausbildung der Streckgrenze wurde untersucht. Es wurden Ofen-, Luft- und Wasserabkühlungen mit unterschiedlichen Wassertemperaturen vorgenommen. Sämtliche eigentlichen Streckgrenzen- und Rekristallisationsproben wurden aber in Wasser von 20° abgeschreckt.

Die Wiederherstellung der Streckgrenze nach dem ersten Zugversuch wurde nach Raumtemperaturlagerung sowie einer zweiten einstündigen Glühung von 400 bis 800° und Wasserabschreckung untersucht. Dabei wurde bewußt unterschieden, wie weit der erste Zugversuch vorgetrieben worden war. Es wurden die Umformungen bis $\bar{\sigma}_8$, bis zum Ende der Lüdersdehnung und bis zum Ende des steilen Spannungsabfalles ausgewählt. Diese Untersuchungen wurden nur an Ti 35 mit einem ersten Umformgrad von 75 % vorgenommen.

Ferner wurde versucht, eine Abhängigkeit der Streckgrenze von der Gefügeausbildung nachzuweisen. Bei den eigenen Vorversuchen wurde bestätigt, daß die Verringerung und die Unterdrückung der Streckgrenze nach hohen Glühungen mit der Bildung der β -Phase zusammenhing. Es wurden deshalb Proben mit einer so hohen ersten Glühung versehen, daß nach den Vorversuchen eine verringerte oder unterdrückte Streckgrenze angenommen werden konnte. Alsdann wurde eine zweite niedrigere Glühung zur Rückbildung des β_{α} -Anteiles in globulares α aufgebracht. Als Probenmaterial wurde wie üblich Ti 35 mit 75 % Originalverformungsgrad eingesetzt. In diesem Zusammenhang wurde gleichzeitig das sehr unterschiedliche Umwandlungsverhalten des Titans in Abhängigkeit vom Eisengehalt untersucht. Tabelle 8 gibt einen Überblick über die vorgenommenen Erst- und Zweitglühungen.

Tabelle 8

erste Glühung	zweite Glühung
950° 1 h	in 2 h auf 700°/W
920° 1 h/W	650° 14 h/W
900° 5 h/W	650° 2 h/W
900° 2 h	in 1,5 h auf 700°/W
900° 1 h/W	650° 2 h/W
850° 1 h/W	—"
800° 1 h/W	—"
750° 1 h/W	—"

Aufklärend wurde eine ganze Reihe von Einflüssen der Probenbehandlung auf die Ausbildung der Streckgrenze untersucht. Neben den Abkühlungsbedingungen zählten dazu z.B. gleichsinnige und ungleichsinnige Hämmerrichtung sowie Einfluß der Zeit zwischen Abschrecken und Zugprüfen. Desgleichen war zu prüfen, ob die Unterschiede der Fertigung zwischen den handelsüblichen Stangen und den selbsterschmolzenen Proben die Streckgrenze merklich beeinträchtigen. Dazu wurde Ti 35 in der gleichen Weise wie die Jodid-Titan-Proben umgeschmolzen und gehämmert.

Hinsichtlich der Reproduzierbarkeit der Streckgrenze mußte jedoch vor allem auf einwandfreie Einspannung der Proben hingearbeitet werden. Dazu wurden die Probenabschnitte vor dem Formdrehen zylindrisch überdreht. Auf diese Vorform wurden mit der Drehbank-völlig koaxiale Gewindeköpfe geschnitten. Vor jedem Zugversuch erfolgte ein genaues Ausrichten des Gehänges.

Als Zugprüfeinrichtung diente eine 10 Mp elektronische Spindelmaschine der Fa. Zwick. Die Last wurde auf einem 250 mm-Schreiberdehnungsproportional mit einer Genauigkeit von $\pm 0,5\%$ aufgetragen.

Die Dehngeschwindigkeit wurde in Vorversuchen variiert. Anschließend wurde grundsätzlich mit der in der Literatur am häufigsten benutzten Geschwindigkeit von ca. $3 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$, d.h. 1 mm/min gefahren. Die Prüfung erfolgte fast ausschließlich bei Raumtemperatur.

Neben den Streckgrenzeneffekten wurden Bruchfestigkeit, Bruchdehnung und Einschnürung ermittelt.

Rekristallisation und Härte wurden entweder an gesondert geglühten kurzen Abschnitten oder an den unverformten Gewindeköpfen der geprüften Zugproben ermittelt. Es wurde stets der Querschliff geprüft. Es wurde darauf geachtet, daß die Proben vorher ausreichend abgeschliffen wurden. Alle Proben wurden erst mechanisch und dann elektrolytisch poliert und anschließend mit 2 % HF + 3 % HNO_3 geätzt. Die Härtemessung wurde ebenfalls erst im Anschluß daran vorgenommen. Im allgemeinen wurde HV 10 bestimmt. Die Bestimmung der Korngröße erfolgte anhand von ASTM-Richtreihen. Das Kornwachstum wurde in Abhängigkeit von Sauerstoff- und Eisengehalt verfolgt.

6. Versuchsergebnisse

6.1.1 Ausgeprägte Streckgrenze an Titan technischer Reinheit

Zunächst stellten sich erwartungsgemäß erhebliche Schwierigkeiten mit der Reproduzierbarkeit der oberen Streckgrenze ein. Die Spannungsspitze war häufig verkümmert oder blieb ganz aus. Vor der Klärung dieses Problems konnte mit den eigentlichen Untersuchungen nicht begonnen werden. Zunächst wurde einer Vielzahl von Randbedingungen der Abkühlung nachgegangen. Es konnte jedoch keinerlei Abhängigkeit von den Abkühlungsbedingungen gefunden werden. Auch die Lagerung zwischen Abschrecken und Zugprüfen erwies sich als belanglos für die Höhe des Spannungsabfalls und die Länge der Lüdersdehnung. Schließlich wurde auch festgestellt, daß eine gleichsinnige Hämmerrichtung keine Voraussetzung für eine gute Streckgrenzenausprägung darstellt.

Entscheidend für die Reproduzierbarkeit war ausschließlich die Probengeometrie. Nach Einführung koaxialer Gewinde traten keine Schwierigkeiten mehr auf. Die von Siebel¹⁴ angegebene deutliche Erhöhung der oberen Streckgrenze durch lange konische Übergänge an den Probeköpfen konnte bestätigt werden. Aus Gründen der Materialersparnis wurden jedoch Rundschulterproben beibehalten.

Ein wesentliches Ergebnis der eigenen systematischen Untersuchungen an technischem Titan ist der Nachweis, daß Streckgrenzen auch nach erheblich höheren Glüh Temperaturen und bei höheren Sauerstoffgehalten, als bisher angenommen,³⁵ auftreten.

Es sei zunächst die Glüh Temperatur betrachtet. Im Maximalfall wurde bei den eigenen Untersuchungen eine Streckgrenze nach Glühungen von 480 - 870° C/1 h gefunden. R.J. Wasilewski³⁵ fand den weitesten Bereich der Glüh Temperaturen, nach denen eine Streckgrenze auftritt, unterhalb 650° C/1 h begrenzt (s. Bild 12a). Dieser Bereich wurde an sehr reinem Titan gefunden und bei Untersuchung handelsüblicher Sorten kein größerer Bereich festgestellt.

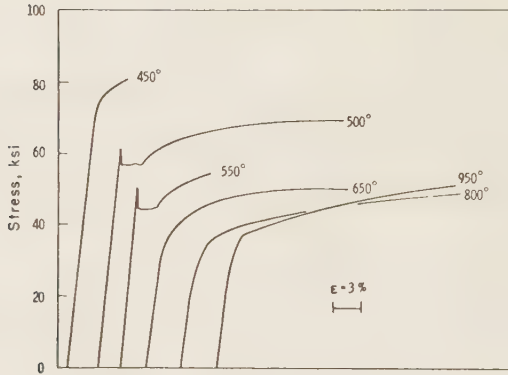


Bild 12a

Einfluß der Glüh Temperatur (1 h) auf die Ausbildung der Streckgrenze von reinem technischen Titan, 93 % vorverformt, nach R.J. Wasilewski.³⁵

In Bild 12 ist zunächst die Streckgrenze der ebenfalls reinen eigenen Titansorte Ti 25, 75 % vorverformt, zum Vergleich gestellt.

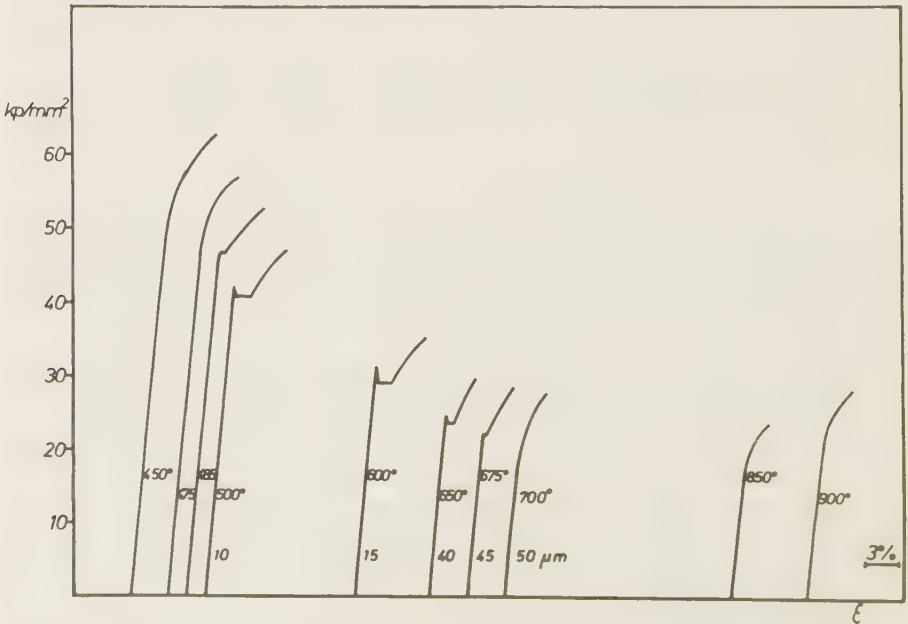


Bild 12

Einfluß der Glüh Temperatur auf die Ausbildung der Streckgrenze von Ti 25, 75 % vorverformt.

Die Glühtemperaturen, nach denen bei Ti 25 eine Streckgrenze auftritt, erstrecken sich also ungefähr über den gleichen Bereich wie nach Wasilewski, doch wurde bereits hier auch nach etwas höheren Temperaturen (675°) eine Streckgrenze gefunden. Die Übereinstimmung beruht offensichtlich nur auf dem ähnlichen Reinheitsgrad. Es konnte nämlich weiterhin festgestellt werden, daß das Auftreten einer Streckgrenze grundsätzlich erst durch einen mittleren Korndurchmesser von etwa $50\mu\text{m}$ begrenzt ist. Die höchste Glühtemperatur, nach der noch eine Streckgrenze auftritt, liegt folglich nicht, wie von Wasilewski³⁵ angenommen, bei 650°C , sondern richtet sich nach dem Kornwachstum und steigt mit den Verunreinigungen an. Infolge der Reinheit von Ti 25 und dem dadurch möglichen raschen Kornwachstum liegt das Ende der Streckgrenze hier bei 675°C .

Eine α -Korngröße von $50\mu\text{m}$ wird aber von einigen der untersuchten technischen Titansorten auch nach hohen Glühtemperaturen nicht erreicht, da infolge von Eisengehalten bereits frühzeitig kleine Anteile von β -Phase auftreten und das α -Wachstum dadurch zum Stillstand kommt. Eisen stabilisiert die β -Phase sehr stark. Bei Ti 35 (0,11 % Fe) treten nach einstündiger Glühung ab 750° erste β -Spuren auf. Bei 600° wurden nach 1000 h ca. 3 % β im Gleichgewicht gefunden (s. Bild 13).



Bild 13
Ti 35, 75 % vorverformt
+ 1000 h $600^{\circ}\text{C}/\text{W}$

Bei Titansorten, die die α -Grenzkorngröße nicht erreichen, tritt der Verlust der Streckgrenze erst nach besonders hohen Glüh-temperaturen auf. Dies ist bei Ti 35 der Fall. In Bild 14 ist die Streckgrenze von Ti 35 mit 75 % Vorverformung in Abhängigkeit von der Glüh-temperatur dargestellt.

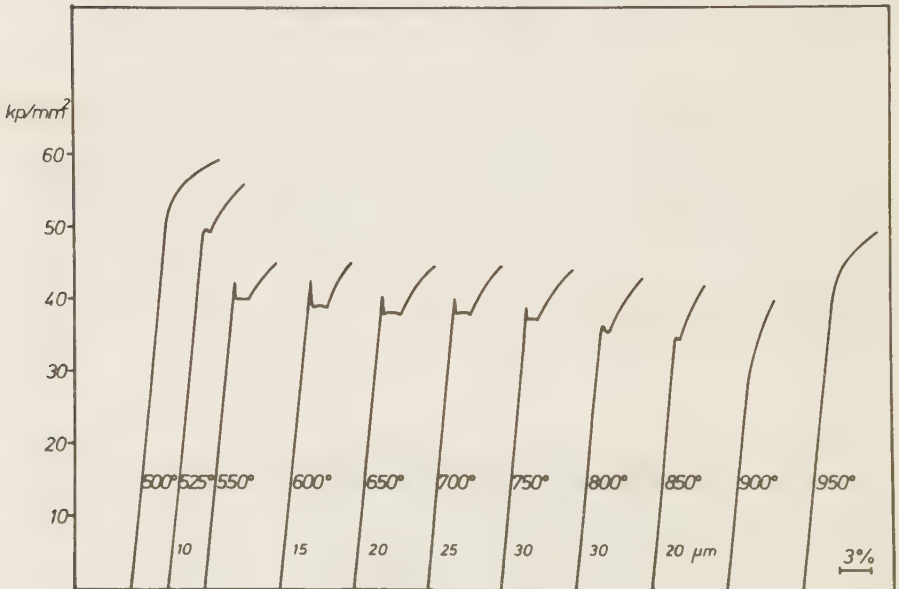


Bild 14

Einfluß der Glüh-temperatur auf die Ausbildung der Streckgrenze von Ti 35, 75 % vorverformt.

Der Beginn der Streckgrenzeneffekte liegt bei 510, das Ende bei 870° C. Es konnte mit Sicherheit nachgewiesen werden, daß die Streckgrenze in diesem Fall durch einen anderen Mechanismus, nämlich gerade durch das vermehrte Auftreten der β -Phase begrenzt wird. Sobald 10 % umgewandeltes β im Abschreckgefüge erreicht werden, tritt keine Streckgrenze mehr auf.

Ganz allgemein konnte bei der Streckgrenzenausbildung ein deutlicher Steilabfall festgestellt werden. An der oberen und unteren Grenze der Glühtemperatur nehmen Steilabfall und Lüdersdehnung in bekannter Weise³⁷ ab. Ti 55 zeigt etwa die gleichen Streckgrenzen wie Ti 35. Das erste Auftreten der Streckgrenze fällt stets mit dem Beginn der Rekristallisation zusammen. Durch das von Beimengungen unbehinderte Einsetzen der Rekristallisation beginnt die Streckgrenze von Ti 25 bereits bei 485° C.

Auch hinsichtlich des Sauerstoffgehaltes ergeben sich neue Streckgrenzenverhältnisse. Wasilewski³⁵ findet optimale Ausprägung nur bei der reinen Titansorte mit 0,04 % O. Bei handelsüblichen Sorten entsprechend Ti 35 und Ti 55 sowie einer Probe mit 0,46 % O findet er keine oder nur schwache Streckgrenzen, die erst durch eine spezielle Doppelglühung etwas stärker hervortreten. Wie bereits ausgeführt, konnte aber bei Ti 35 und Ti 55 eine gut ausgebildete Streckgrenze mit nur einer Glühung nachgewiesen werden. Bei noch höheren Sauerstoffgehalten ist die Ausprägung allerdings stark gedämpft, wie Bild 15 für Ti 65 zeigt.

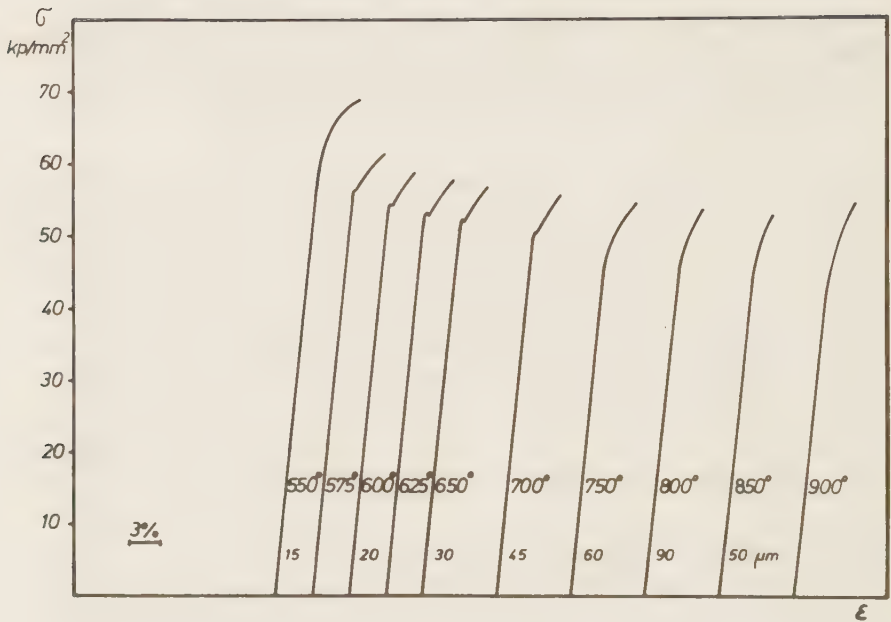


Bild 15

Einfluß der Glüh Temperatur auf die Ausbildung der Streckgrenze von Ti 65, 80 % vorverformt.

Der geringe Fe-Gehalt dieser Titansorte führt zu einem raschen Kornwachstum. Bei 700° wurden deshalb bereits 50 μm und damit das Ende der Streckgrenze erreicht.

Auch bei 0,4 % Sauerstoff (S 4) wurde mit einer Glühung noch eine deutliche Streckgrenze erhalten. Wegen des etwas schwächeren Kornwachstums wurde sogar eine Erstreckung bis 800° C gefunden (s. Bild 16).

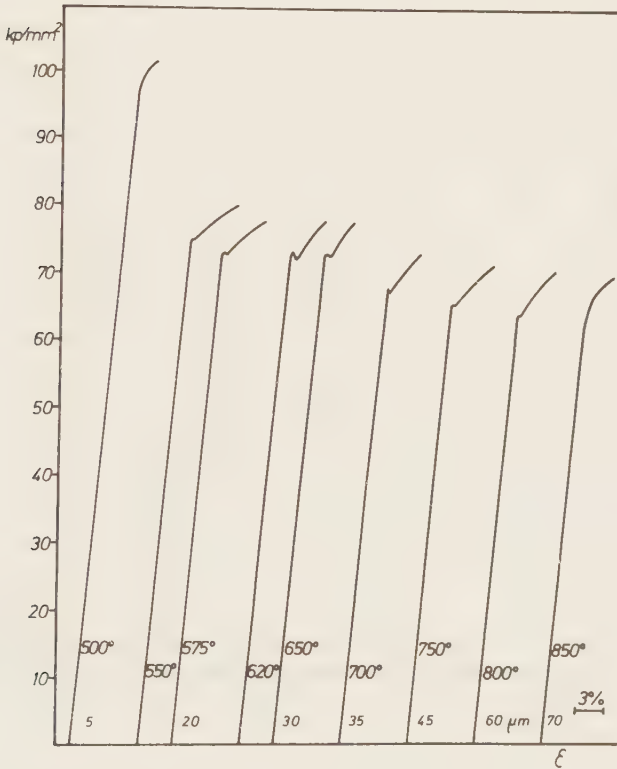


Bild 16
Einfluß der Glühtemperatur auf die Ausbildung der Streckgrenze von Ti 0,4 % O, 80 % vorverformt.

Bild 17 gibt den Einfluß des Sauerstoffgehaltes auf die Ausbildung der Streckgrenze der untersuchten technischen Titansorten einschließlich Ti 0,4 % O bei der 600°-Glühung wieder. Es tritt ein Maximum der Streckgrenzenausbildung bei 0,1 % Sauerstoff auf. Eine Streckgrenze ist aber auch bei allen anderen technischen Sauerstoffgehalten deutlich vorhanden.

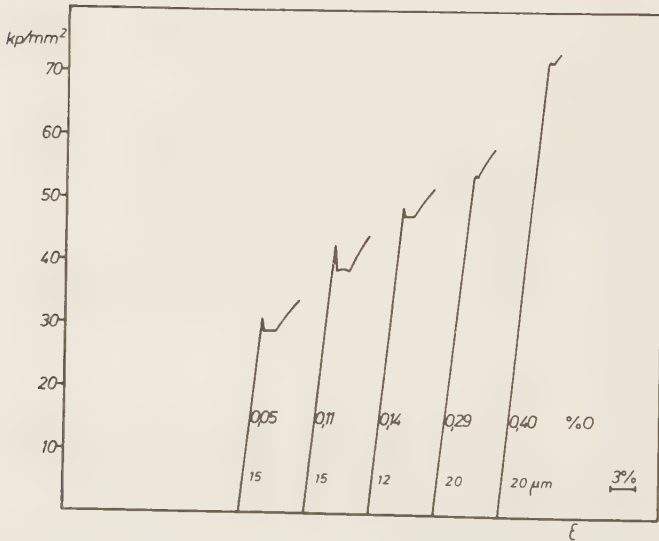


Bild 17
Einfluß des Sauerstoffgehaltes auf die Ausbildung der Streckgrenze bei technischen Titansorten, 75 % vorverformt, 600° 1 h/W.

Richtungsweisende Fortschritte wurden bei der Untersuchung des Vorverformungsgrades erzielt. Der schwerwiegende Einfluß des Umformgrades auf die Streckgrenze wurde quantitativ bestimmt. Aus Bild 18 ist das Hinschwinden der Streckgrenze mit fallendem Umformgrad bei gleicher optimaler Glühbehandlung für Ti 35 ersichtlich.

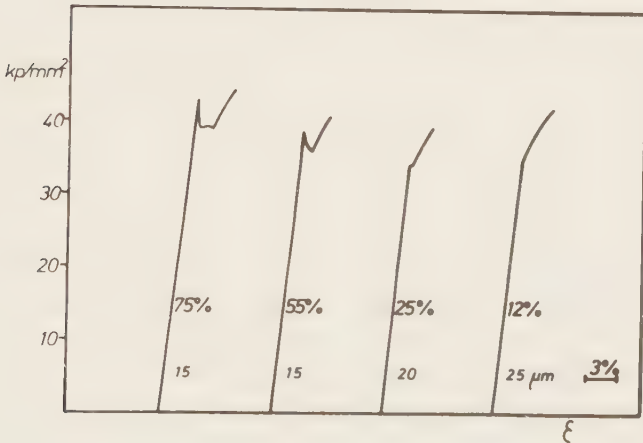


Bild 18

Einfluß des Umformgrades auf die Ausbildung der Streckgrenze von Ti 35, 600° C/1 h/W.

Bei kleineren Umformgraden als 12 % tritt bei den untersuchten Titansorten keine Streckgrenze mehr auf. Ferner wurde festgestellt, daß auch der Bereich der streckgrenzenförderlichen Glühtemperatur mit fallendem Umformgrad zusammenschrumpft. Bild 19 - 21 zeigen Ausbildung und Temperaturbereich der Streckgrenze von Ti 35 bei 55, 25 und 12 % Vorumformung.

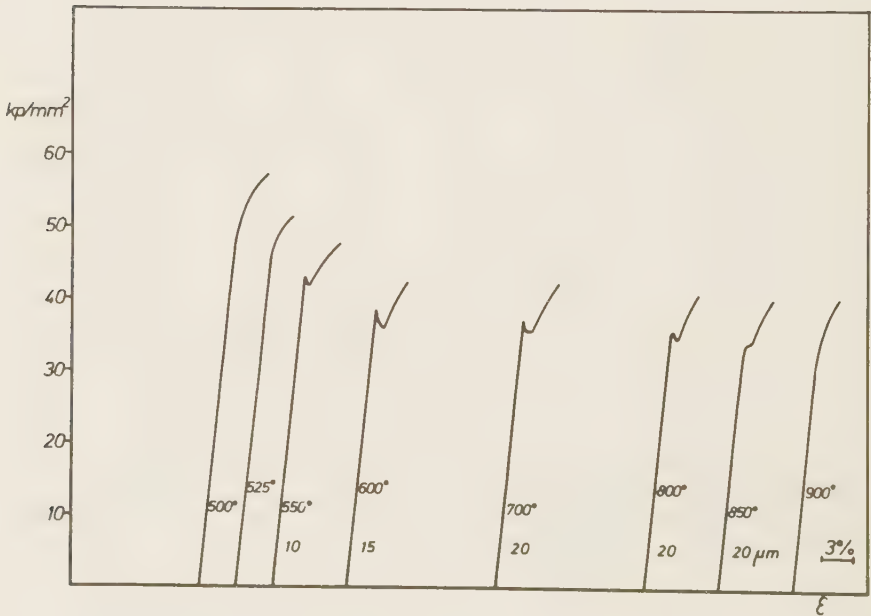


Bild 19
Einfluß der Glühtemperatur auf die Ausbildung der Streckgrenze von Ti 35 nach 55 % Umformung.

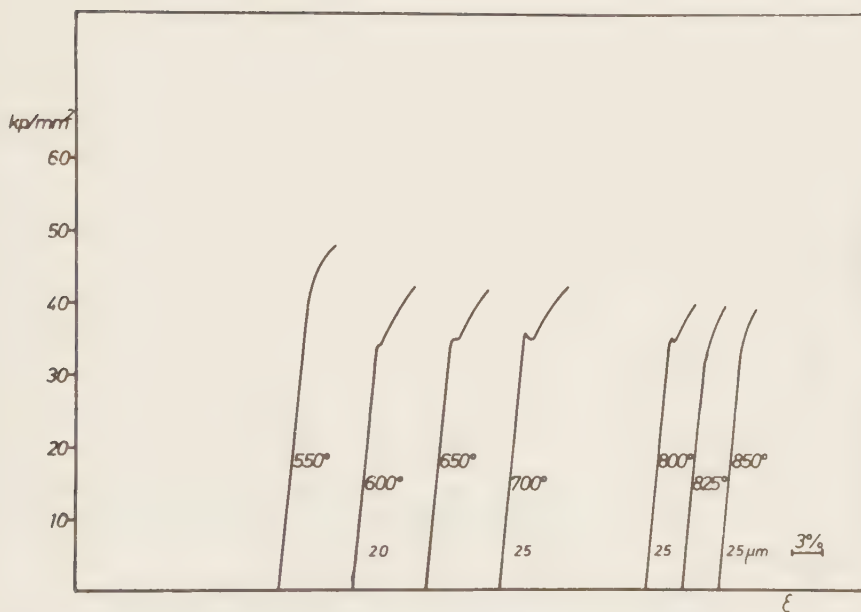


Bild 20
Einfluß der Glüh Temperatur auf die Ausbildung der Streckgrenze
von Ti 35 nach 25 % Umformung.

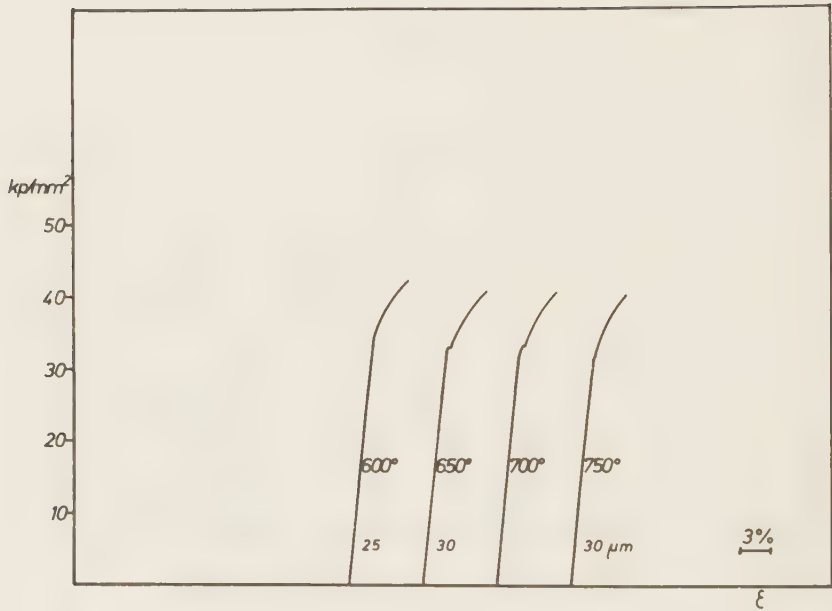


Bild 21
Einfluß der Glüh Temperatur auf die Ausbildung der Streckgrenze
von Ti 35 nach 12 % Umformung.

Die Zusammenfassung der gewonnenen Erkenntnisse ermöglicht eine Übersichtsdarstellung des Streckgrenzenvorkommens technischer Titansorten in Abhängigkeit von Glüh­temperatur, Sauerstoffgehalt und Verformungsgrad, wie sie in Bild 22 gegeben ist.

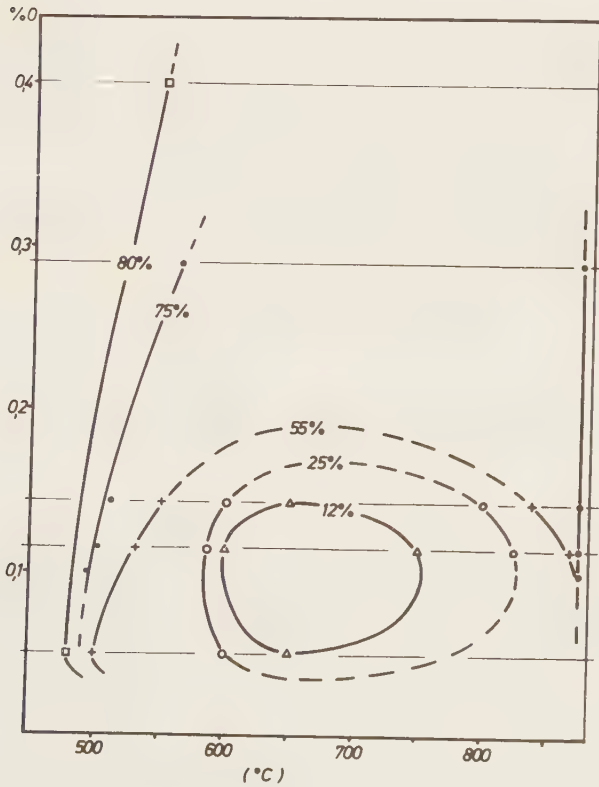


Bild 22
Auf­treten einer ausgeprägten Streckgrenze bei technischem Titan in Abhängigkeit von Glüh­temperatur, Sauerstoffgehalt und Verformungsgrad.

In der Darstellung wurde die Aufzeichnung der Linien gleichen Umformgrades gewählt. Die Kurvenzüge umschließen Gebiete, in denen bei den angegebenen Umformgraden noch eine Streckgrenze in Erscheinung tritt. Es handelt sich um geschlossene Gebiete, die sich mit steigendem Umformgrad stark ausweiten.

6.1.1.1 Wiederherstellung der Streckgrenze an Titan technischer Reinheit

Wie in Bild 23 dargestellt, erfolgt nach dem Zugversuch bis σ_B (20 % Umformung) und Raumtemperaturlagerung selbst bis zu einem Jahr keine Wiederherstellung der Streckgrenze. Bei erneuter einstündiger Glühung wird eine Streckgrenze nur nach 600 - 800° wiedergefunden. Dieser Temperaturbereich entspricht dem für 20 % Umformung nach Bild 22.

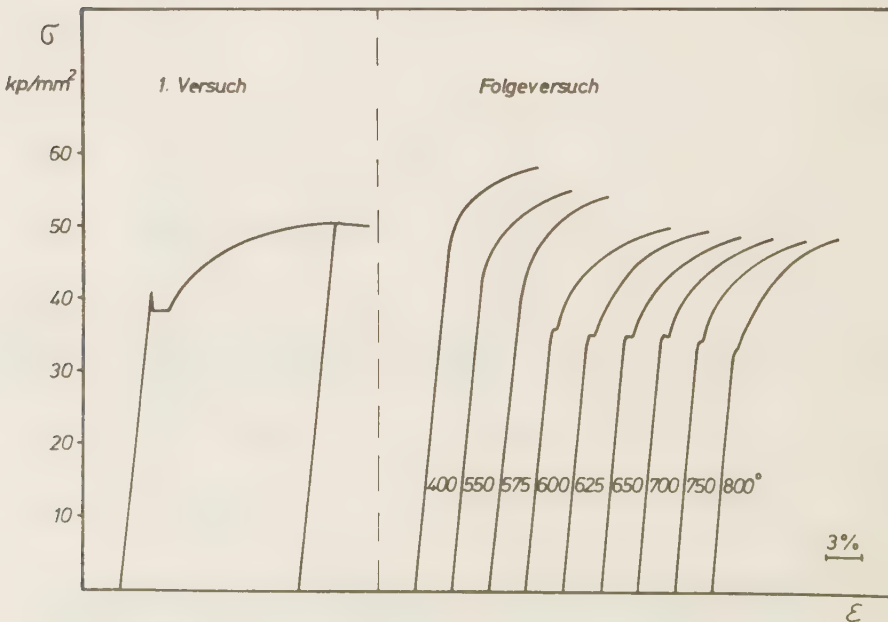


Bild 23

Wiederherstellung der Streckgrenze von Ti 35 nach dem ersten Zugversuch bis σ_B in Abhängigkeit von der Glühtemperatur (Vorbeh. 75 %, 600° 1 h/W).

Die Wiederherstellung der Streckgrenze nach Unterbrechung des ersten Zugversuchs am Ende der Lüdersdehnung (ca. 3 % plastische Verformung) gibt Bild 24.

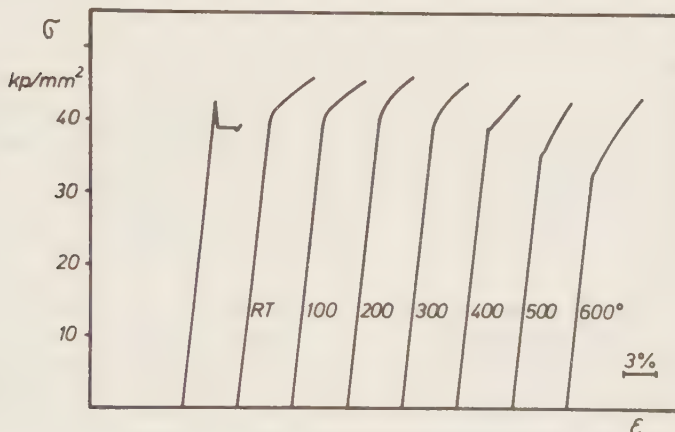


Bild 24
Wiederherstellung der Streckgrenze von Ti 35 nach dem ersten Zugversuch bis Ende Lüdersdehnung in Abhängigkeit von der Glühtemperatur (Vorb. 75 %, 600° 1 h/W).

Im Gegensatz zur Hämmerumformung wird die Streckgrenze nach 3 % Zugumformung noch schwach wiederhergestellt. Der günstige Temperaturbereich ist zu niedrigen Temperaturen verschoben. Im Gegensatz zur Ansicht von Wasilewski³⁵ tritt eine Streckgrenze bereits bei wesentlich niedrigerer als der Originalglühung (600°) auf. Die Wiederherstellung erfolgt sogar bei einer Temperatur, die niedriger als jene von 500° liegt, bei der nach 75 % Umformung erstmals eine Streckgrenze auftritt. Nach Unterbrechung des Zugversuchs am Ende des Steilabfalles der oberen Streckgrenze konnte weder durch Raumtemperlagerung bis zu einem Jahr, noch durch entsprechende Glühungen ein Steilabfall wiederhergestellt werden.

Die Wiederherstellung der Streckgrenze von Ti 35 durch Rückglühen auf polygonales α geht aus Tabelle 9 hervor. Darin sind β_u -Anteil, Korngröße, Bruchdehnung und Streckgrenzenausbildung nach der ersten und zweiten Glühung aufgetragen.

Tabelle 9:

1. Glühung	β_u %	Kgr. μm	d_5 %	Streckgr.	2. Glühung	β_u %	Kgr. μm	d_5 %	Streckgr.
950° 1 h	100	500	22	keine	in 2 h auf 700°/W	-	grobes Korbgrf.	43	keine
920° 1 h/W	70	-	23	keine	650° 14 h/W	30	50	33	keine
900° 5 h/W	30	35	24	keine	650° 2 h/W	20	35	42	keine
900° 2 h/W	50	25	21	keine	650° 2 h/W	10	25	30	deutlicher Absatz
900° 1 h	25	25	24	keine	in 1,5 h auf 700°/W	-	grobes Korbgrf.	30	deutlicher Absatz
850° 1 h/W	10	25	28	noch schwacher Abfall wenig Lüdersdehnung	650° 2 h/W	5	25	30	erheblich verstärkter Abfall u. Lüdersdehnung
800° 1 h/W	7	25	n. b.	noch mäßiger Abfall u. mäßige Lüdersdehnung	"	3	25	33	etwas verstärkter Abfall u. Lüdersdehnung
750° 1 h/W	3	20	n. b.	etwas geminderter Abfall u. Lüdersdehnung	"	3	25	33	nicht wesentlich verändert

Daraus ergibt sich die neuartige Tatsache, daß eine Wiederherstellung der Streckgrenze durch Einformen von mehr oder weniger nadeligen β_u -Zwischenformen in polygonales α möglich ist. Hoch geglühte Proben, die durch β_u -Bildung keine Streckgrenze mehr zeigen würden, weisen also durch eine zweite Glühung im α -stabilen Bereich wieder eine Streckgrenze auf, wenn der β_u -Anteil mindestens bis auf 10 % eingeformt wird. Ebenso läßt sich an Proben, die wegen β_u -Bildung eine verminderte Streckgrenze zeigen würden, eine wesentlich vollständigere Ausbildung der Streckgrenze erzielen. Bei Proben, die nach der ersten Glühung mehr als 50 % β_u aufweisen, ergibt sich allerdings keine Wiederherstellung mehr.

Die Gefüge dieser Untersuchungsreihe sind in Bild 25 - 40 dargestellt. Es zeigt sich auch hier, daß die β -Ausscheidungen das α -Kornwachstum stoppen. Während sich also bei Titansorten mit früh einsetzender β -Bildung auch durch hohe Glühtemperaturen oder lange Glühzeiten kein grobes α -Korn erreichen läßt, ist dies bemerkenswerterweise über eine Glühung im β -Gebiet und Einformung des β_u bei langsamer Abkühlung möglich (s. Bild 26 u. 34).

Reines β_u -Gefüge wurde erst ab $950^\circ/1$ h erhalten. Das Einformen von β_u erfolgt ziemlich träge. Die Bruchdehnung entspricht in allen Fällen dem α -Anteil, vergl. Bild 53.

Ti 35, 75 % Umf.

1. Glühung

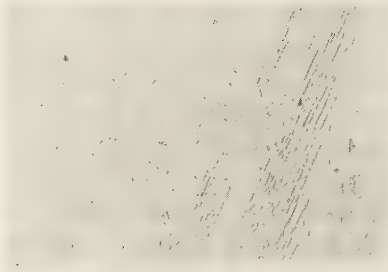


Bild 1 100°

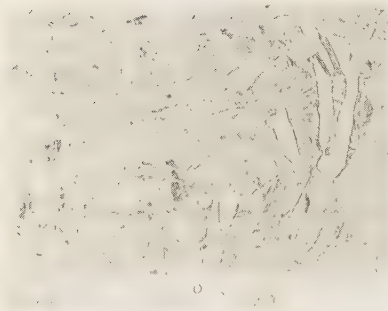


Bild 2 100°



Bild 3 900° 5 h/W



Bild 4 900° 2 h/W

2. Glühung

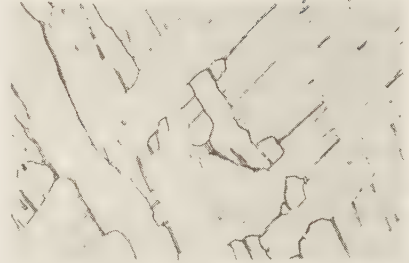


Bild 5 100° 1 h/W

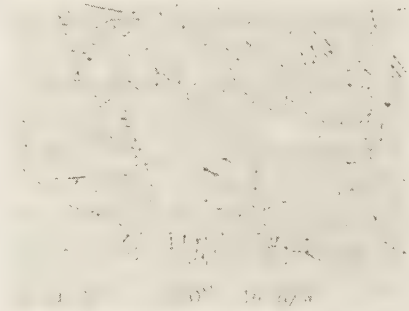


Bild 6 100° 1 h/W

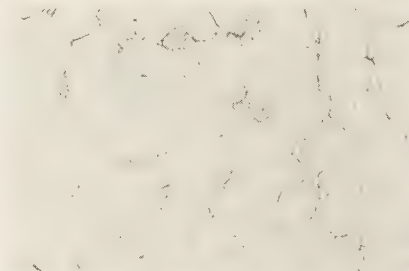


Bild 7 100° 1 h/W



Bild 8 650° 2 h/W

50µm

Bild 36 650°C



Bild 37 650°C

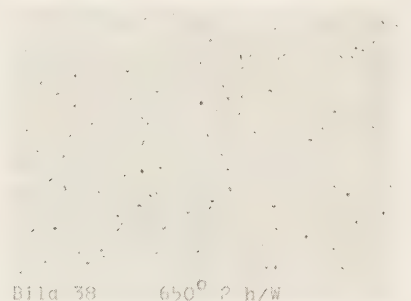
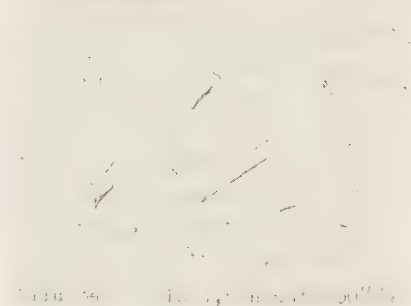


Bild 38 650°C 2 h/W

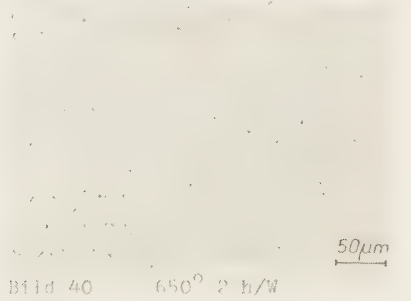


Bild 40 650°C 2 h/W

50µm

6.1.2 Ausgeprägte Streckgrenze an Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen

Die Streckgrenze an Jodid-Titan mit den untersuchten kleinen, meist interstitiellen Zusätzen unterscheidet sich weitgehend von der an Titan technischer Reinheit. Zusätze bis 0,05 % O, 0,10 % N, 0,02 % C und 0,05 % Fe sowie der Zusatz von 0,05 % O + 0,05 % Fe rufen nach 80 % Vorumformung keine ausgeprägte Streckgrenze hervor. Lediglich ein Zusatz von 0,10 % O ergibt nach einstündiger Glühung von 550 - 600° bescheidene Streckgrenzeeffekte (Bild 41).

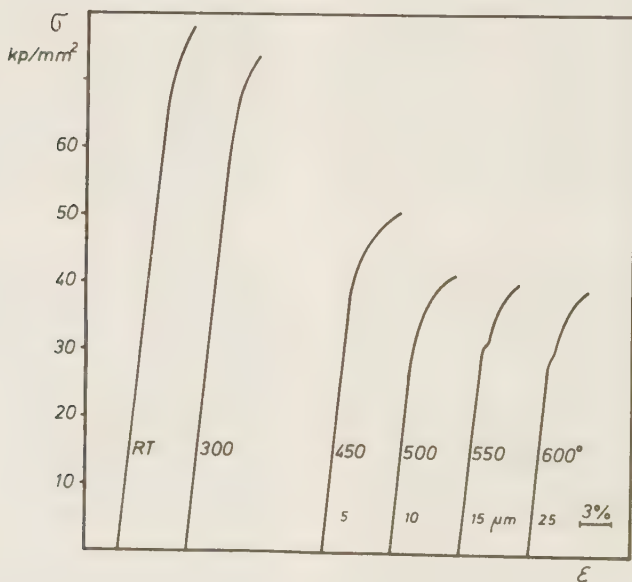


Bild 41

Einfluß der Glühtemperatur auf die Ausbildung der Streckgrenze von Ti 0,10 % O, 80 % vorverformt.

Bei Zusatz von 0,20 % Sauerstoff wird nur noch nach 600⁰-Glühung die Andeutung einer Streckgrenze gefunden. Reines Jodid-Titan ergab keine Streckgrenze.

Vergleichsweise wurde Ti 35 umgeschmolzen und wie die Jodid-Titan-Legierungen verarbeitet. Es trat voll ausgeprägte Streckgrenze auf. Eine Beeinträchtigung der Streckgrenzenausbildung durch die Verfahrenstechnik bei der Herstellung der Jodid-Titan-Legierungen liegt also nicht vor.

6.2. Rekristallisation

6.2.1 Rekristallisation von Titan technischer Reinheit

Die Rekristallisation nach 75 % Umformung wurde anhand der Härte sowie der Gefügebilder verfolgt. Bild 42/43 gibt die Härte der untersuchten technischen Titansorten in Abhängigkeit von der Glühtemperatur bei einstündiger Glühung wieder.

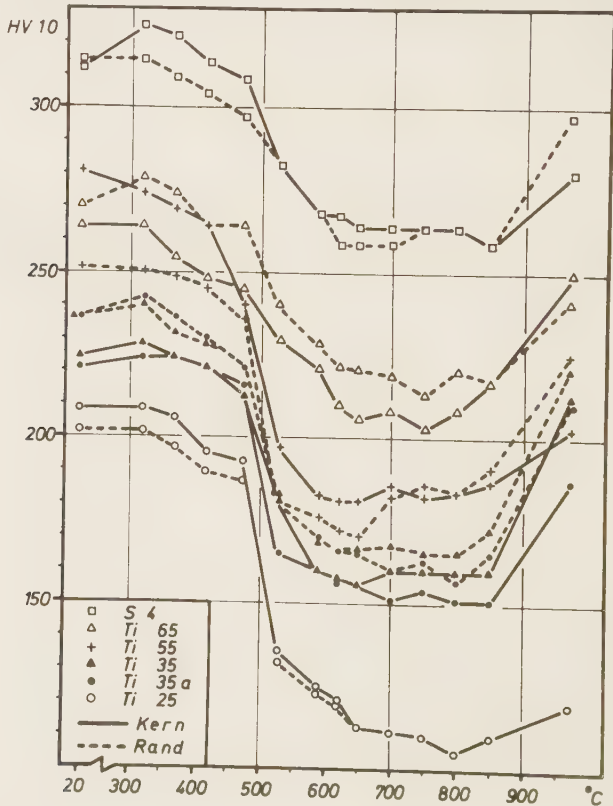


Bild 42/43

Kern- und Randhärten technischer Titansorten in Abhängigkeit von der Glühtemperatur (75 - 80 % vorverformt).

Trotz guter Durchknetung ergaben sich Härteunterschiede zwischen Rand und Kern, so daß beide Bereiche dargestellt wurden. In einigen Fällen tritt bei 300° eine geringe Aushärtung auf. Die Härte entspricht allgemein dem Sauerstoffgehalt. Lediglich die inhomogene Sorte Ti 55 weist im verformten Zustand eine ungewöhnlich hohe Kernhärte auf. In allen Fällen tritt ab 475° der übliche Steilabfall der Härte ein. Bei höheren Sauerstoffgehalten ist der Härteabfall flacher und die gesamte Erweichung geringer. Bei 650° ist der Weichzustand erreicht. Die Härte nach 650°/1 h wurde deshalb der Berechnung der Erweichungstemperatur nach folgender Gleichung zugrunde gelegt:

$$T_E = \frac{T_h + T_w}{2}$$

Die Erweichungstemperatur ist in Tabelle 10 wiedergegeben.

Tabelle 10:

Material	Rand	Kern
Ti 25	505	505
Ti 35a	505	505
Ti 35	505	515
Ti 55	500	490
Ti 65	520	510
S 4	520	520

Der Sauerstoffgehalt hat bei den untersuchten Titansorten keinen merklichen Einfluß auf die Erweichungstemperatur. Das gleiche trifft auch für den Eisengehalt zu. Die Gefüge zeigen ebenfalls, daß die primäre Rekristallisation unabhängig vom Sauerstoff- und Eisengehalt bei 530° abgeschlossen ist. Lediglich die sehr inhomogenen Eisengehalte der Titansorte Ti 55 lassen die Rekristallisation bei 530° erst örtlich beginnen. Im übrigen stimmt also die Erweichungstemperatur mit der Rekristallisationstemperatur überein.

Das Kornwachstum nach 75 % Umformung ist in Bild 44 dargestellt.

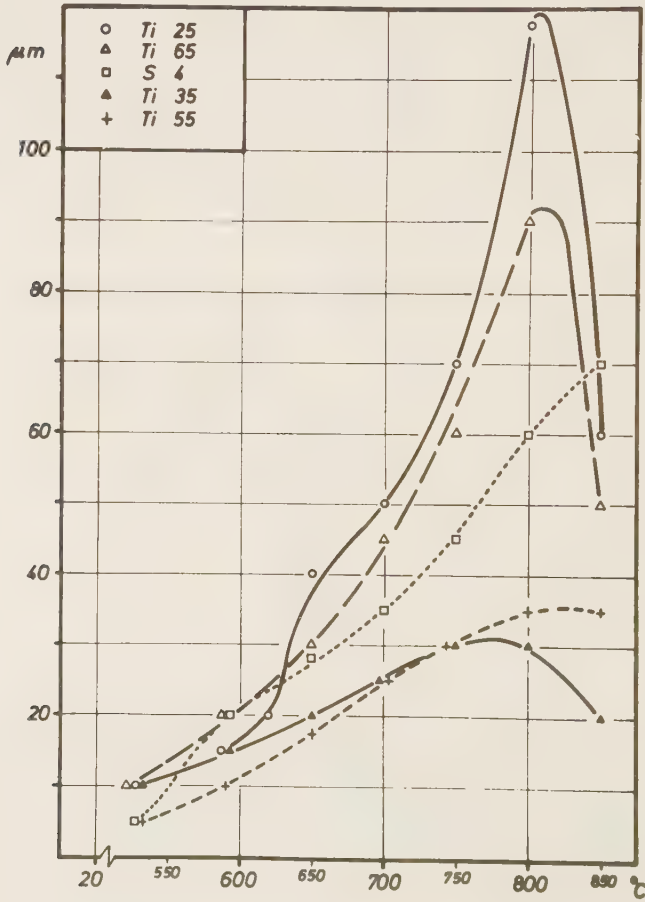
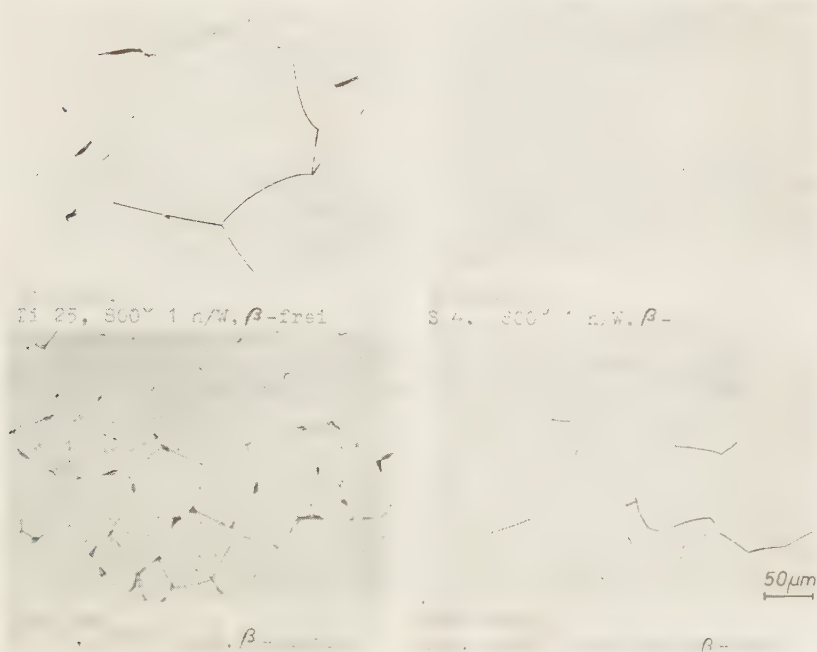


Bild 44

Mittlerer Korndurchmesser techn. Titansorten in Abhängigkeit von der Glühtemperatur, 75 % vorverformt.

Auffallend ist das starke Kornwachstum der reinen Titansorten Ti 25 und Ti 65. Auch S 4 zeigt als eisenarme Type noch starkes Kornwachstum. Die stärker eisenhaltigen Sorten Ti 35 und Ti 55 weisen erheblich geringeres Kornwachstum auf. Das Eisen wirkt sich also sehr hemmend auf das Kornwachstum aus. Eine Abhängigkeit des Kornwachstums vom Sauerstoffgehalt ließ sich bei technischem Titan wegen des dominierenden Fe-Einflusses nicht feststellen.

Wie bereits ausgeführt, rufen schon kleine Eisengehalte unter 882°C erste β -Bildung hervor. Das α -Kornwachstum kommt dadurch zum Stillstand. Sobald β -Phase aufzutreten beginnt, wird bekanntlich⁸¹ sogar eine scheinbare Verkleinerung der Korngröße beobachtet. Die Ursache dafür wird in der Diskussion behandelt. Bild 44 zeigt, daß selbst die relativ reinen Sorten Ti 25 und Ti 65 nach hohen Glühtemperaturen kleineres Korn aufweisen. Lediglich bei der Probe S 4 fehlt auch bei $850^{\circ}/1\text{ h}$ jegliche β -Bildung. Die Korngröße steigt in diesem Fall noch mit der Glühtemperatur an. Bild 44a - d geben die unterschiedlichen Verhältnisse bei Ti 25 und S 4 wieder.



Die Untersuchung kleinerer Umformgrade als 75 % ergab eine mit fallendem Umformgrad zunehmende Vergrößerung des Korns. Die Vergrößerung ist bis 25 % Umformung jedoch gering und erst bei 7 % erheblich (s. Bild 45 u. 46).

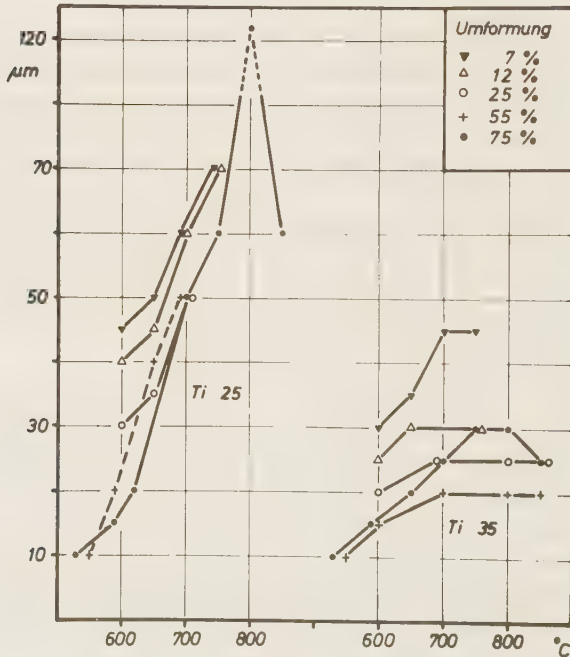


Bild 45

Mittlerer Korndurchmesser techn. Titansorten in Abhängigkeit von Verformungsgrad und Glüh-temperatur.

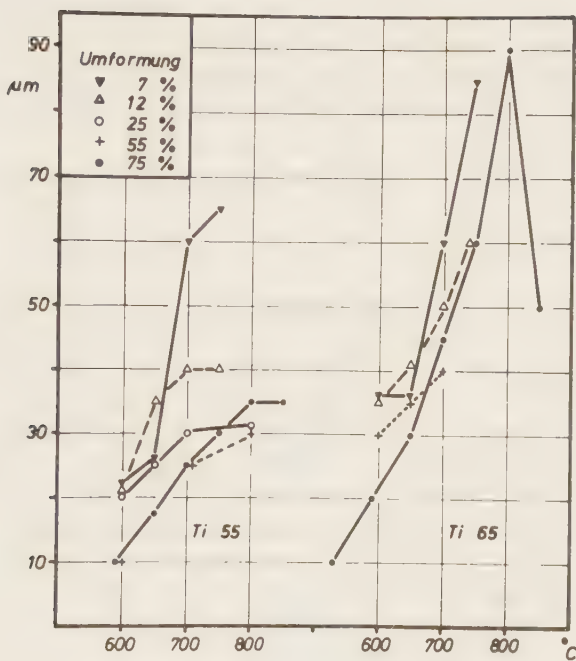


Bild 46

Mittlerer Korndurchmesser techn. Titansorten in Abhängigkeit von Verformungsgrad und Glüh Temperatur.

Die Korngröße entspricht der Hall-Petch-Beziehung.

6.2.2 Rekristallisation von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen

Die Rekristallisation sei zunächst wieder anhand der Härte betrachtet. Die Härte von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen ist in Abhängigkeit von der Glühtemperatur nach 80 % Umformung in Bild 47 und 48 dargestellt.

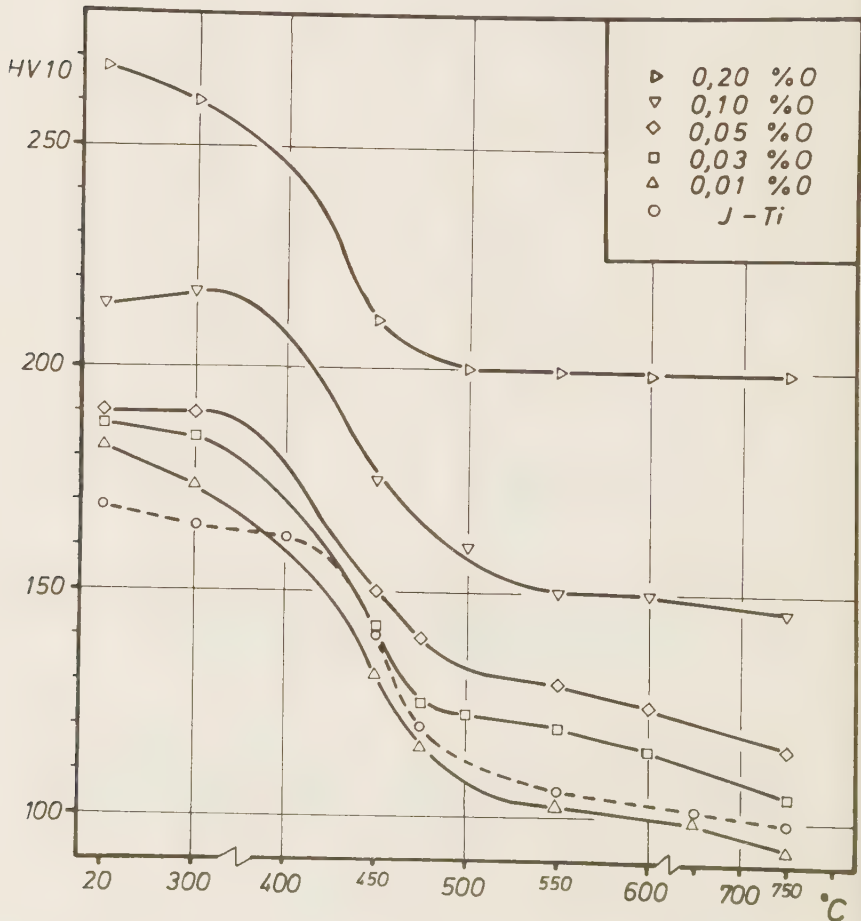


Bild 47

Härte von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen in Abhängigkeit von der Glühtemperatur, 80 % vorverformt

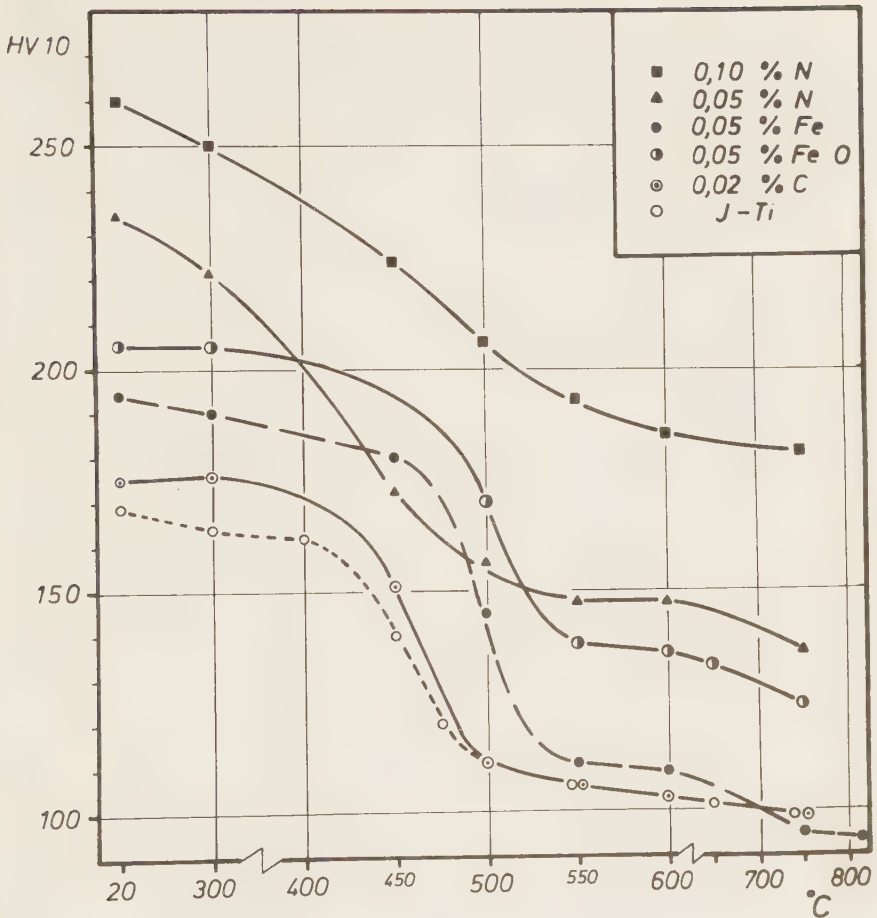


Bild 48
Härte von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen in Abhängigkeit
von der Glüh Temperatur, 80 % vorverformt.

Die Härte steigt mit der Höhe der Zusätze an. Stickstoff erhöht die Härte doppelt so stark wie Sauerstoff. Das entspricht dem eingangs erwähnten Sauerstoffäquivalent. Eine Aushärtung bei 300° liegt nicht vor. Die meisten Proben weisen den üblichen Steilabfall der Härte auf. Die härtesten Proben mit 0,2 % O und 0,05 bzw. 0,1 % N zeigen jedoch bereits bei 300° eine merkliche Verminderung der Härte.

Für die Berechnung der Erweichungstemperatur wurde die Härte nach 750° 1 h herangezogen. Die Erweichungstemperatur ist in Tabelle 11 wiedergegeben.

Tabelle 11:

Material	Erweichungstemperatur °C
J-Ti	455
0,01 % O	445
0,03 % O	450
0,05 % O	460
0,10 % O	440
0,20 % O	400
0,05 % N	420
0,10 % N	460
0,05 % Fe	500
0,05 % Fe/O	510
0,02 % C	470

Die Erweichungstemperatur liegt also mit 450° allgemein 50° niedriger als bei den technischen Titansorten. Lediglich die Fe-legierten Proben weisen die technisch übliche Erweichungstemperatur von 500° auf. Der Sauerstoffgehalt wirkt sich bei niedrigen Gehalten kaum, bei höheren jedoch merklich auf die Erweichungstemperatur aus. Gehalte von 0,2 % O ergeben die niedrige Erweichungstemperatur von 400°.

Die Gefügebilder zeigen den Beginn der Rekristallisation bei der Erweichungstemperatur, d.h. allgemein um 450° , bei den Fe-dotierten Proben um 500° und bei 0,20 % Sauerstoff um 400° . Die Rekristallisation wird also durch Sauerstoff beschleunigt und durch Eisen gehemmt.

Der Verlauf des Kornwachstums von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen ist in Bild 49 und 50 dargestellt.

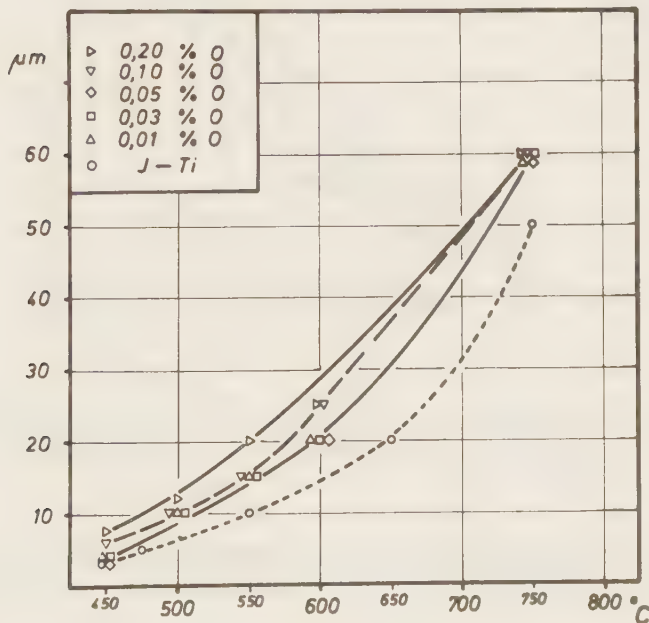


Bild 49
Mittlerer Korndurchmesser von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen an Sauerstoff in Abhängigkeit von der Glüh-Temperatur, 80 % vorverformt.

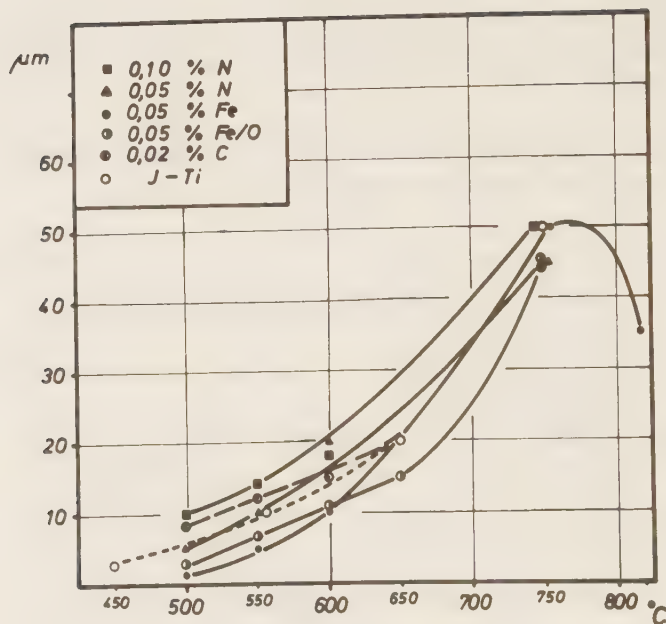


Bild 50

Mittlerer Korndurchmesser von Jodid-Titan mit Stickstoff u.a. kleinen Zusätzen in Abhängigkeit von der Glüh Temperatur, 80 % vorverformt.

Das Eisen wirkt sich auch auf das Kornwachstum hemmend aus. Stickstoff und Kohlenstoff verhalten sich neutral.

Es wurde festgestellt, daß kleine Eisengehalte sich auch auf das Kornwachstum hemmend auswirken. Ferner wurde festgestellt, daß Sauerstoff das Kornwachstum geringfügig erhöht. Die Korngröße von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen entspricht größenordnungsmäßig der Korngröße der technischen Sorten. Die Fe-haltige Type ergab bei 850⁰ ebenfalls kleineres Korn durch β -Bildung.

Die Korngröße entspricht der Hall-Petch-Beziehung.

6.3. Mechanische Eigenschaften

6.3.1 Mechanische Eigenschaften technischer Titansorten

Der Vollständigkeit halber sind die mechanischen Eigenschaften der technischen Titansorten bei Raumtemperatur in Abhängigkeit von der Glühtemperatur (1 h) aufgenommen worden (Bild 51 - 54).

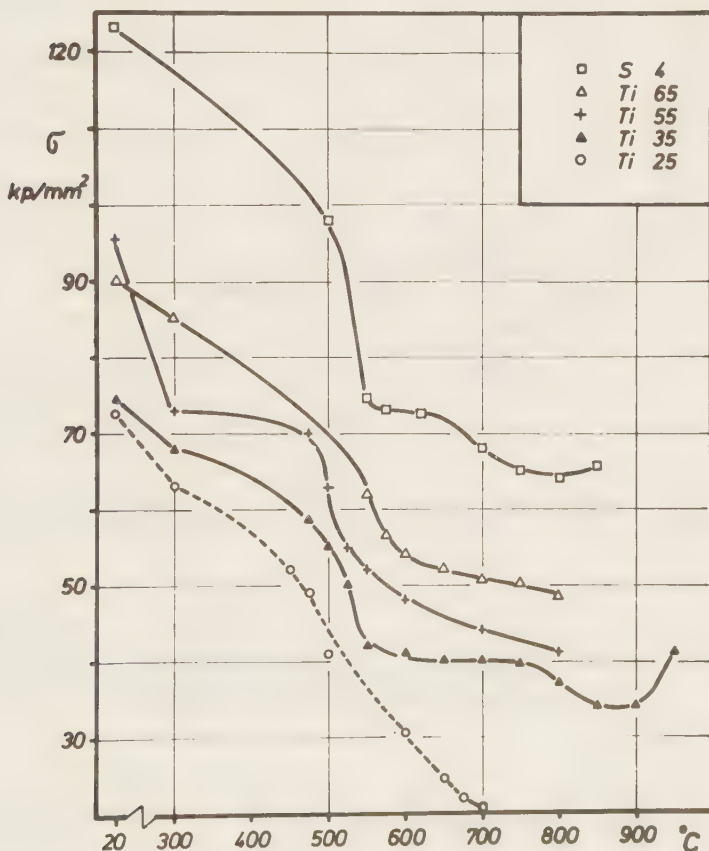


Bild 51

0,2-Streckgrenze bzw. obere Streckgrenze techn. Titansorten in Abhängigkeit von der Glühtemperatur, 75 % vorverformt.

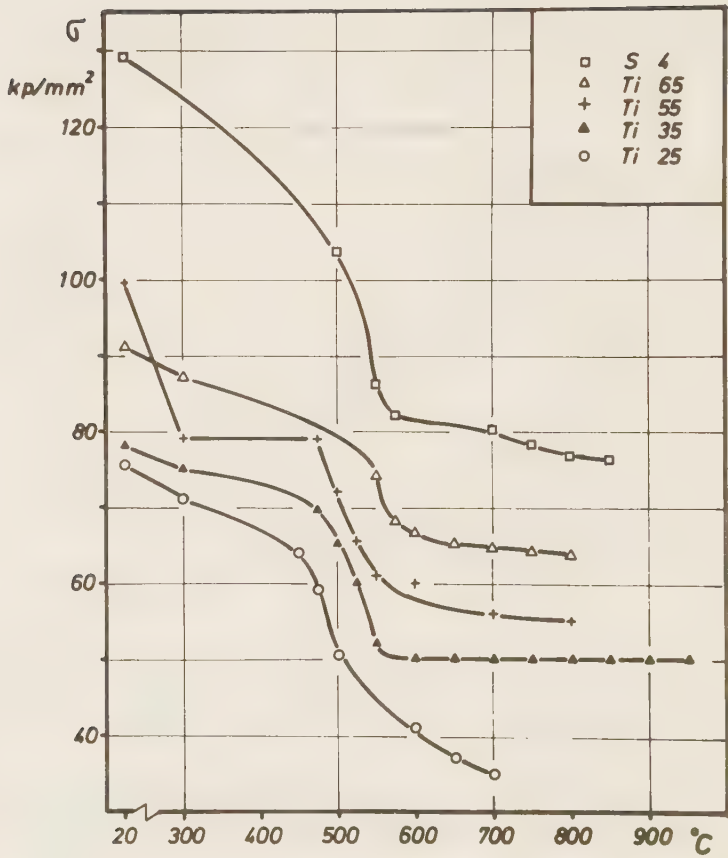


Bild 52

Bruchfestigkeit techn. Titansorten in Abhängigkeit von der Glühtemperatur, 75 % vorverformt.

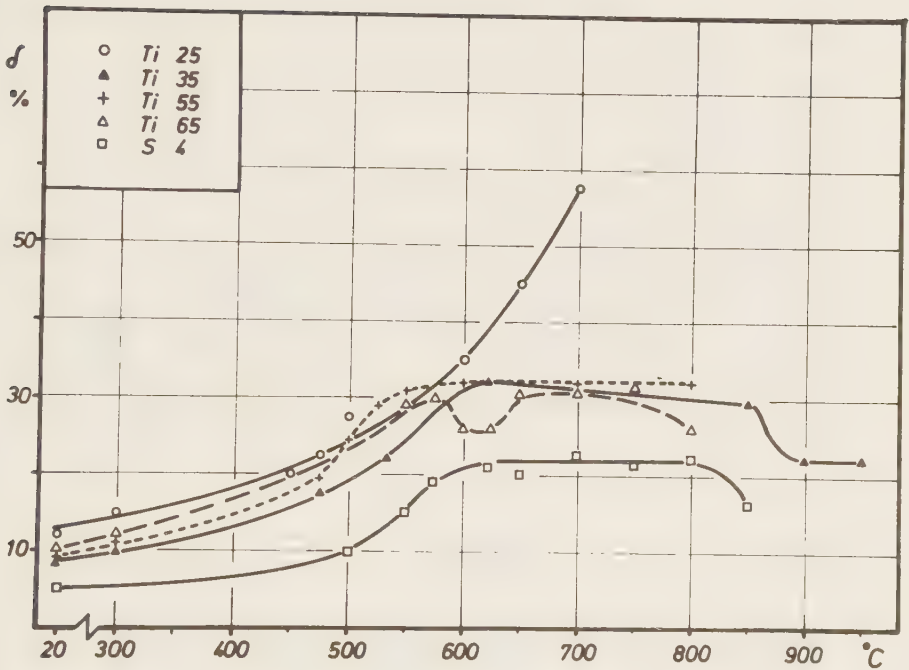


Bild 53

Bruchdehnung technischer Titansorten in Abhängigkeit von der Glüh Temperatur, 75 % vorverformt.

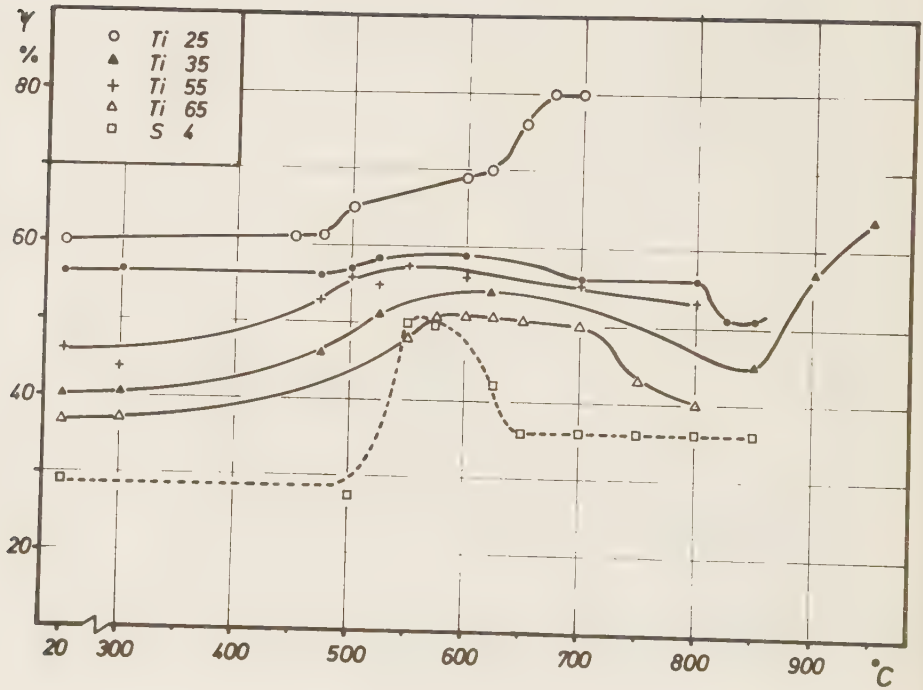


Bild 54
Brucheinschnürung technischer Titansorten in Abhängigkeit von
der Glühtemperatur, 75 % vorverformt.

Der Betrag der Festigkeit und Streckgrenze entspricht dem Sauerstoffgehalt und nimmt mit der Glühtemperatur in der üblichen Weise ab. Die Festigkeit der inhomogenen Sorte Ti 55 liegt im verformten Zustand ungewöhnlich hoch, fällt aber bereits bei 300° auf eine dem Sauerstoffgehalt entsprechende Höhe ab. Im β_u -Gebiet steigt die Streckgrenze wieder an. σ_B bleibt konstant. Die Bruchdehnungen aller technischen Sorten unterscheiden sich wenig. Die Bruchdehnung wächst bis 600° C allgemein an und bleibt dann konstant. Eine Ausnahme bildet das reine Ti 25, bei dem die Bruchdehnung auch nach höheren Temperaturen stark ansteigt. Eine Abnahme der Bruchdehnung mit zunehmender Korngröße trat nicht auf. Erst mit dem Auftreten von β_u -Anteilen fällt die Bruchdehnung ab. Die Brucheinschnürung ist bei der reinsten Sorte Ti 25 deutlich überlegen. Sie nimmt mit dem Sauerstoffgehalt ab. Im $\alpha + \beta_u$ -Bereich ist ein Minimum erkennbar. Im β_u -Bereich tritt bei Ti 35 wieder eine erhebliche Steigerung ein.

6.3.2 Mechanische Eigenschaften von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen

Die mechanischen Eigenschaften von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen bei Raumtemperatur in Abhängigkeit von der Glüh-temperatur (1 h) sind in Bild 55 - 59 dargestellt.

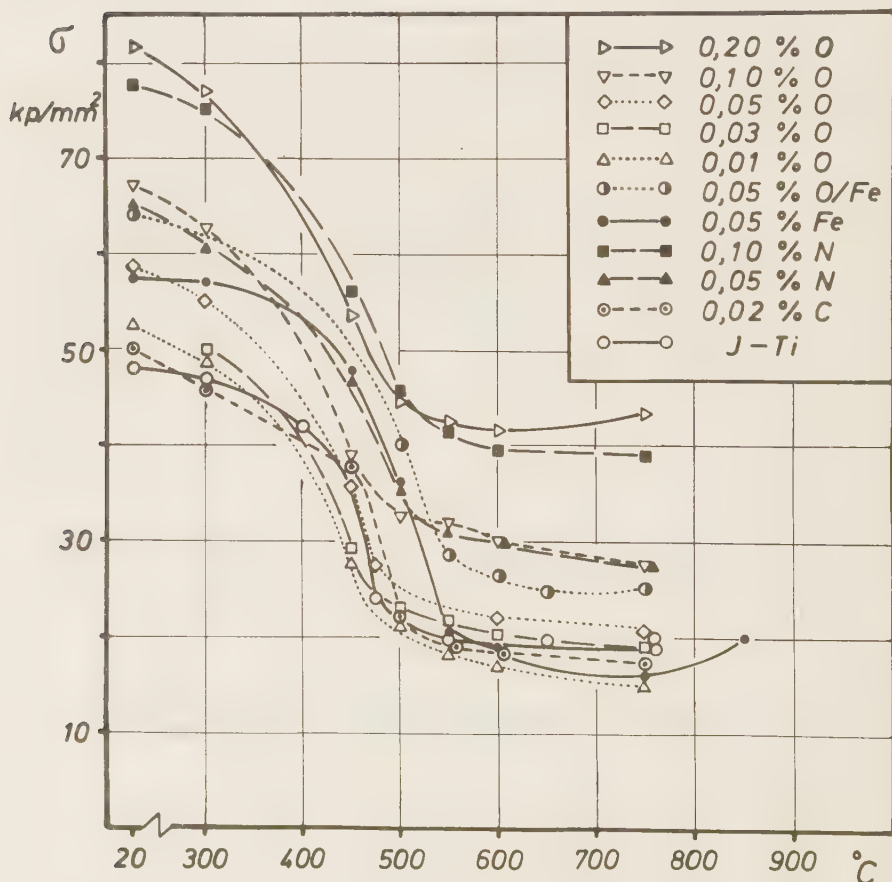


Bild 55

0,2-Streckgrenze von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen in Abhängigkeit von der Glüh-temperatur, 80 % vorverformt.

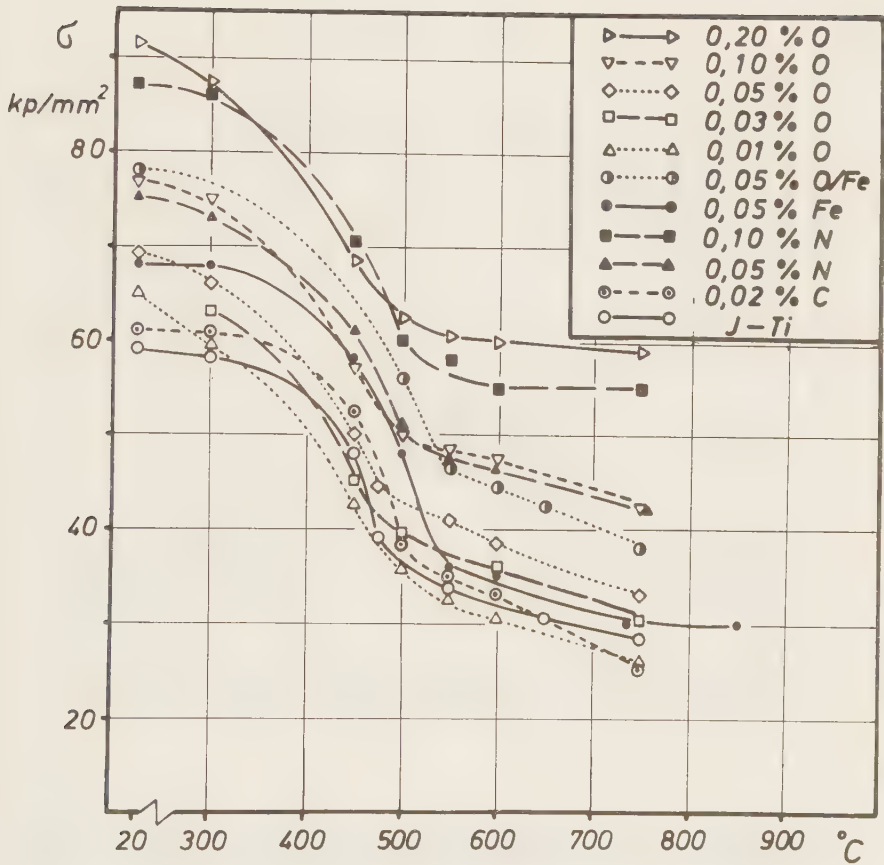


Bild 56

Bruchfestigkeit von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen in Abhängigkeit von der Glüh-temperatur, 80 % vorverformt.

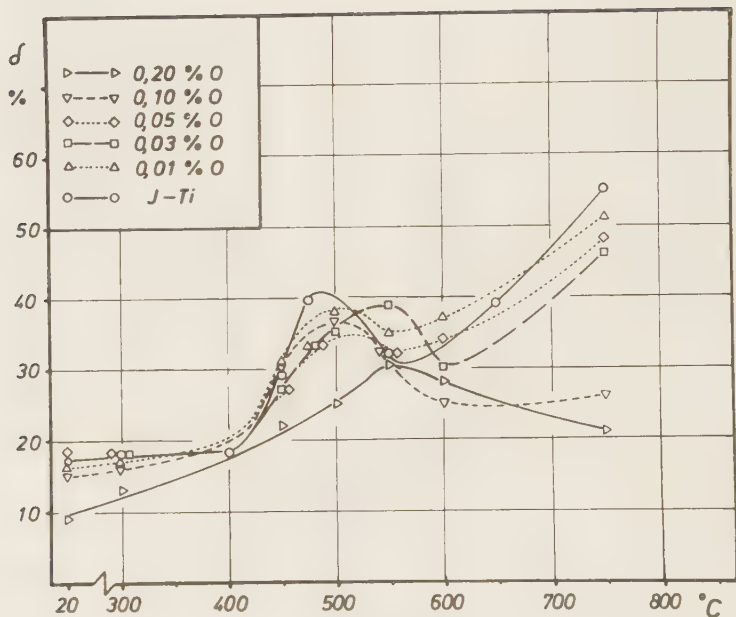


Bild 57

Bruchdehnung von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen in Abhängigkeit von der Glüh Temperatur, 80 % vorverformt.

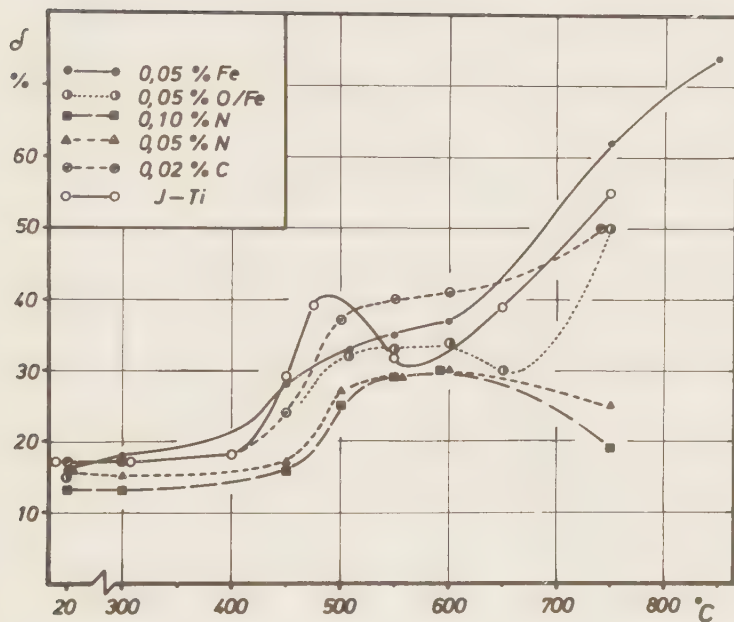


Bild 58

Bruchdehnung von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen in Abhängigkeit von der Glühtemperatur, 80 % vorverformt.

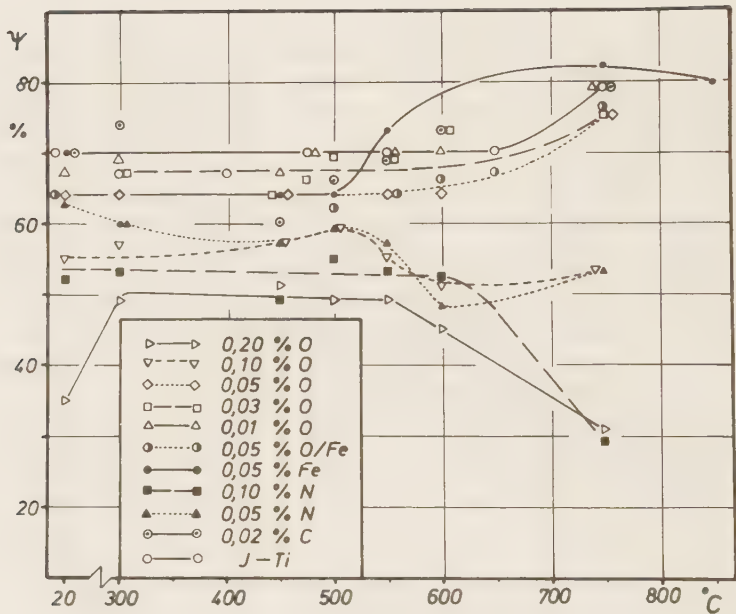


Bild 59

Brucheinschnürung von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen in Abhängigkeit von der Glüh Temperatur, 80 % vorverformt.

Der Betrag der Festigkeit und 0,2-Streckgrenze nimmt mit dem Legierungsgehalt zu. Stickstoff erhöht die Festigkeit doppelt so stark wie Sauerstoff. 0,01 % Sauerstoff ergeben aber im Weichzustand eine etwas niedrigere Festigkeit und Streckgrenze als Jodid-Titan. 0,02 % Kohlenstoff erhöhen die Festigkeit nicht. 0,05 % Eisen erhöhen die Festigkeit im verformten Zustand gleichviel wie Sauerstoff. Im weichen Zustand wurde bei Zugabe von 0,05 % Fe überhaupt keine Festigkeitssteigerung gefunden. Eisen plus Sauerstoff ergeben im verformten Zustand etwa additive Festigkeitssteigerung. Im weichen Zustand ist die Festigkeitssteigerung stärker als additiv. In allen Fällen ist bei 300° bereits eine niedrigere Festigkeit und Streckgrenze als im verformten Zustand festzustellen. Die Verminderung ist bei 0,05 % Fe am geringsten. Eine Aushärtung läßt sich durch keinen der vorgenommenen Zusätze erzeugen. Bei Rekristallisation findet der übliche Steilabfall statt. Der Steilabfall ist bei den eisenhaltigen Proben zu erheblich höheren Temperaturen verschoben. Bei einem Vergleich der stickstoffhaltigen Proben mit den jeweils doppelt so hoch mit Sauerstoff dotierten Proben fällt auf, daß die Sauerstoffproben bis 350° überlegen sind. Von 350 - 550° weisen die Stickstoffproben bessere Festigkeit auf. Oberhalb 550° sind die Sauerstoffproben wieder fester oder gleichwertig.

Die Bruchdehnungen nehmen allgemein mit der Glühtemperatur zu. Ab 0,05 % N bzw. 0,10 % O wird jedoch bei 600° ein flaches und relativ niedriges Maximum erreicht. Bei niedrigen Sauerstoffgehalten zeichnen sich Maxima und Minima ab. Die Brucheinschnürung hält sich fast unabhängig vom Zusatz und der Glühtemperatur auf gleichmäßig hohem Niveau. Lediglich die hoch mit Sauerstoff und Stickstoff beaufschlagten Proben zeigen ein Nachlassen der Brucheinschnürung, besonders nach hohen Glühungen.

Die Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften vom Sauerstoffgehalt ist für den Weichzustand (750° 1 h/W) in Bild 60 dargestellt.

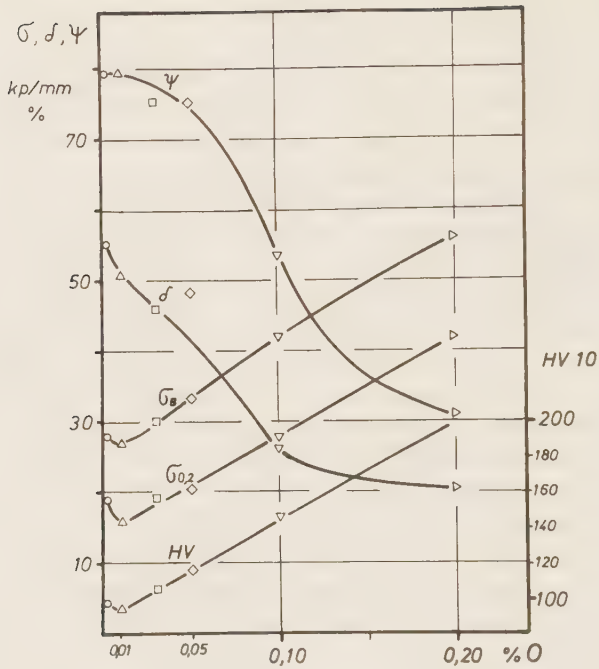


Bild 60

Mechanische Eigenschaften von Jodid-Titan in Abhängigkeit vom Sauerstoffgehalt, 80 % vorverformt / 750° 1 h/W.

Festigkeit, Streckgrenze und Härte fallen bis 0,01 % O ab und steigen dann bis 0,2 % O nahezu linear und proportional an. Bruchdehnung und Brucheinschnürung fallen gleichmäßig ab.

7. Diskussion der Ergebnisse

7.1 Ausgeprägte Streckgrenze

Ein wesentliches Ergebnis der vorliegenden Untersuchungen ist der weite streckgrenzenförderliche Glühbereich des technischen Titans von $480 - 870^{\circ}\text{C}/1\text{ h}$. Danach kann die bisherige Begrenzung bei max. $650^{\circ}\text{C}/1\text{ h}$ und die daran geknüpfte Theorie von R.J. Wasilewski³⁵ nicht aufrechterhalten werden. Diese Theorie besagt, daß die ausgeprägte Streckgrenze durch das Zerreißen besonderer Versetzungsstrukturen zustandekommt. Diese Versetzungsstrukturen sollen sich bei bestimmten Glüh-temperaturen bilden, aber oberhalb 650°C durch verstärktes Klettern der Versetzungen aufgelöst werden.

Wie die Untersuchungen zeigen, ist die Maximaltemperatur, nach der noch eine Streckgrenze auftritt, vielmehr durch eine Grenz-korngröße von $50\text{ }\mu\text{m}$ gegeben. Die Maximaltemperatur richtet sich also nach dem Kornwachstum und steigt mit den Verunreinigungen an. Bei reinen, eisenarmen Titansorten liegt sie bei ca. $650^{\circ}/1\text{ h}$. Offensichtlich ist die niedrige Grenztemperatur bei dem reinen Material von Wasilewski auf diese Weise zustandegedkommen. Es ergibt sich also eine Übereinstimmung mit der zweiten Cottrell-Theorie, d.h. Wechselwirkung der interstitiellen Atome mit den Versetzungen und Aufstau an den Korngrenzen.

Die höchsten Glühtemperaturen, nach denen noch eine Streckgrenze auftritt, ergeben sich bei solchen Titansorten, die eine α -Korngröße von $50\text{ }\mu\text{m}$ auch bei hohen Glühungen nicht erreichen. Dies ist dann möglich, wenn Eisengehalte die β -Phase stabilisieren. Durch Bildung kleiner β -Anteile kommt das α -Wachstum frühzeitig zum Stillstand. In diesem Fall findet die Streckgrenze ihr Ende schließlich nicht durch die Korngröße, sondern gerade durch das vermehrte Auftreten der β_u -Phase. Die Ausbildung der Streckgrenze wird mit steigendem β_u -Anteil im Abschreckgefüge vermindert. Bei mehr als 10 % β_u tritt keine ausgeprägte Streckgrenze mehr auf. Der β_u -Anteil stellt also eine Störung für den Ablauf von Streckgrenzenerscheinungen dar.

In diesem Zusammenhang ist die Wiederherstellung der Streckgrenze bedeutungsvoll. Es wurde festgestellt, daß eine Wiederherstellung der Streckgrenze nach einer ersten Glühung um 900° und bis zu 50 % β_u durch eine zweite Glühung im α -stabilen Bereich mit Einformung des β_u in polygonales α möglich ist. Daraus kann man schließen, daß die Voraussetzungen zur Streckgrenze im Rest- α latent vorhanden blieben. Es fand offensichtlich eine Verdeckung und Hemmung durch einen Störfaktor, in diesem Fall die β_u -Phase, statt. Nach der Verminderung des störenden Volumenanteils β_u durch Umwandlung in eine dem Rest- α ähnliche Form, führen die im Rest- α verbliebenen Voraussetzungen wieder zu äußerlich feststellbaren Streckgrenzerscheinungen. Grundsätzlich kann man deshalb auch in anderen Störfällen mit latent verborgenen Voraussetzungen zur Streckgrenze rechnen.

Ein weiteres eindeutiges Ergebnis besteht in dem Nachweis, daß die ausgeprägte Streckgrenze in einem weiten Bereich des Sauerstoffgehaltes auftritt. Bei 0,4 % Sauerstoff ist die Streckgrenze noch deutlich ausgeprägt. Die Feststellung Wasilewskis³⁵, daß bei technischen Titansorten mit mittleren und hohen Sauerstoffgehalten keine oder nur schwache Streckgrenzen vorkommen, die erst durch spezielle Glühungen etwas stärker hervortreten, konnte widerlegt werden. Die Ausbildung der Streckgrenze ist bei hohen Sauerstoffgehalten allerdings gedämpft. Es wird angenommen, daß hier eine Überdeckung durch die hohe Festigkeit erfolgt. E. Houdremont⁹ nimmt beispielsweise eine äußerliche Unterdrückung der Streckgrenze bei Stahl infolge hoher Festigkeit an.

Ein näherer Zusammenhang zwischen dem Sauerstoffgehalt und der Entstehung der ausgeprägten Streckgrenze ließ sich bei den technischen Titansorten nicht ableiten, da sowohl 0,05 als auch 0,4 % Sauerstoff eine ausgeprägte Streckgrenze ergeben. Die aus diesem Grunde durchgeführten Untersuchungen an Jodid-Titan mit kleineren Sauerstoffgehalten von 0,01 bis 0,03 % ergaben keine Streckgrenzen. Es wurde jedoch festgestellt, daß bei Jodid-Titan auch höhere Sauerstoffdotierungen nur im Bereich um 0,1 % eine schwache Streckgrenze ergeben.

Ferner wurde gefunden, daß Jodid-Titan sowie Jodid-Titan mit 0,05 und 0,10 % Stickstoff bzw. 0,02 % Kohlenstoff keine Streckgrenzen aufweisen. Aus den schwachen Effekten bei Jodid-Titan mit Sauerstoff geht hervor, daß Sauerstoff zwar grundsätzlich mit der Entstehung der ausgeprägten Streckgrenze verknüpft zu sein scheint, und ein Losreißen der Versetzungen von Sauerstoffatomwolken nach Cottrell denkbar ist, eine ausreichende Erklärung der Streckgrenze durch den Sauerstoffgehalt allein jedoch nicht möglich ist. Offensichtlich ist auch ein Vergleich von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen mit den technischen Titansorten nicht möglich. Das Schmelzbarrengefüge der Jodid-Titan-Proben ist dafür nicht verantwortlich, da auch gleichartig gefertigte Ti 35-Proben eine ausgezeichnete Streckgrenze aufweisen. Es wird deshalb angenommen, daß die Reinheit der Korngrenzen bei Jodid-Titan mit einzelnen Zusätzen den erforderlichen Aufstau der Versetzungen gar nicht erst aufkommen läßt, während dieser Aufstau in den verunreinigten technischen Titansorten weitgehend erfolgt.

Die in dieser Arbeit gefundene quantitative Abhängigkeit der Streckgrenze vom Umformgrad sowie die noch zu erörternde Unabhängigkeit von der Diffusion nötigen zu einer gänzlich neuen Betrachtung der Streckgrenzenursachen. Neben dem Gehalt an Beimengungen muß eine weitere Voraussetzung für die Streckgrenze bestehen. Die Entstehung dieser Voraussetzung muß bereits bei der Vorverformung erfolgen. Da mit dem Umformgrad die strukturellen Änderungen im Gefüge zunehmen, wird angenommen, daß die steigenden Voraussetzungen für die Streckgrenze struktureller Natur sind. Somit wird von einer mit dem Umformgrad zunehmenden latenten Streckgrenze ausgegangen. Diese Streckgrenze äußert sich beim Zugversuch an kaltverformtem Material nicht, da sie von den Auswirkungen der hohen Versetzungsdichte überdeckt wird. Durch die Glühung erfolgt nun die Beseitigung dieser Überdeckung. Die Streckgrenze nimmt mit der Rekristallisation allmählich zu. Mit wachsendem Glüheinfluß und wachsenden Voraussetzungen aus der Verformung werden die Hemmungen der Kaltverfestigung und der Sauerstoffhärtung in zunehmendem Maße überwunden, so daß die in Bild 22 dargestellten Ausbildungsgrenzen resultieren.

Der Beweis für die grundsätzliche Möglichkeit latenter Streckgrenzen wurde mit der eingangs beschriebenen Wiederherstellung nach dem Rückglühen auf polygonales α erbracht.

Die Unabhängigkeit der ausgeprägten Streckgrenze von der Abkühlungsgeschwindigkeit zeigt auch, daß bei Titan ein anderer Mechanismus als bei Eisen-Kohlenstoff vorliegt. Ein Hindiffundieren der Sauerstoffatome an die Versetzungen infolge der Glühung ist deshalb bei Titan nicht die Ursache. Die Streckgrenze des Titans hängt noch aus einem weiteren Grund nicht von der Diffusion der Sauerstoffatome bei der Glühung ab. Es wurde festgestellt, daß eine Wiederherstellung der Streckgrenze nach Überschreiten des Streckgrenzenabfalles im Gegensatz zum Stahl durch keinerlei Glühbehandlung zu erreichen ist. Dabei war die plastische Verformung nur 0,02 %, so daß auch die um den Faktor 10^3 geringere Diffusionsgeschwindigkeit des Sauerstoffs als Erklärung nicht ausreicht. Bei Stahl ist bekanntlich eine Streckgrenze ohne Vorverformung nach Homogenisierung und folgendem Anlassen erreichbar.

Die Tatsache, daß nach Zugversuchen bis zum Ende der Lüdersdehnung, d.h. 3 % plastischer Verformung, bereits eine schwache Wiederherstellung möglich ist, erscheint zunächst als Widerspruch zur aufgefundenen 10 %-Mindest-Vorverformung für eine Streckgrenze. Die plastische Vergleichsverformung ist bei einachsigen Zug jedoch wesentlich kleiner als bei Überlagerung von Druckspannungen. Ein bestimmter Dehnbetrag stellt also bei einachsigen Zug einen größeren Bruchteil der Vergleichsverformung dar, so daß 3 % im Zugversuch 10 % beim Hämmern entsprechen können.

Die Wiederherstellung nach vorheriger Verformung bis σ_B (20 %) ist eindeutig auf den neuen Umformgrad zurückzuführen und erfolgt im üblichen Glühbereich.

Mangelnde Verformung oder Durchknetung bis zum Kern ist wahrscheinlich auch die Ursache für das Übersehen der Streckgrenze in einigen deutschen Arbeiten.

7.2 Rekristallisation

Die Rekristallisation stimmt im wesentlichen mit den bisherigen Untersuchungen^{82, 81} überein. Die Erweichungstemperatur fällt mit der Primärrekristallisation zusammen. Das Kornwachstum der technischen Titansorten wird vor allem durch den Fe-Gehalt bestimmt. Sauerstoffeinflüsse werden dadurch verdeckt.

Die bei Auftreten von β_a -Anteilen im Gefüge beobachtete kleinere α -Korngröße stellt selbstverständlich nicht eine echte Rückwärtsentwicklung des α -Korns dar, wie gelegentlich angenommen.¹² Vielmehr tritt bei höheren Glühtemperaturen bereits dann β auf, wenn das α -Korn im Wachstum noch wenig fortgeschritten ist.

Der kritische Umformgrad liegt bei ca. 10 %.

Die Rekristallisation von Jodid-Titan mit kleinen Zusätzen unterscheidet sich nicht wesentlich von der Rekristallisation technischer Sorten. Der Rekristallisationsbeginn liegt allerdings durchschnittlich 50° niedriger. Bemerkenswert ist die Feststellung, daß Sauerstoff die Rekristallisation und das Kornwachstum merklich beschleunigt, während Eisen beides hemmt.

7.3 Mechanische Eigenschaften

Die mechanischen Eigenschaften und ihr Verlauf mit dem Legierungsgehalt und der Glühtemperatur ergeben das übliche Bild. Von den interstitiellen Elementen steigern Stickstoff und Sauerstoff die Festigkeit und vermindern die Bruchdehnung. Der Kohlenstoff beeinflusst die mechanischen Eigenschaften nur sehr wenig. Die Auftragung der mechanischen Eigenschaften über dem Sauerstoffgehalt läßt bei 0,01 % ein bemerkenswertes Minimum erkennen, wie es ähnlich von Kupfer bekannt ist. Es erscheint allerdings fraglich, ob auch in diesem Fall eine Getterwirkung des Sauerstoffs für andere Verunreinigungen vorliegt. Bis 0,05 % Sauerstoff sind Bruchdehnung und Brucheinschnürung kaum vermindert, so daß ein ausgezeichnet umformbarer Werkstoff vorliegt. Ab 0,1 % Sauerstoff sind Bruch-

dehnung und Brucheinschnürung merklich vermindert, doch kann ein sonst reines Titan auch bis 0,4 % O noch bis zu 80 % kaltverformt werden. Dabei ergeben sich mit der Kaltverformung recht attraktive Festigkeiten. Bemerkenswert ist das Fehlen einer Härtung durch das Eisen im weichgeglühten Zustand. Dadurch ergibt sich ein Werkstoff mit außergewöhnlich hoher Bruchdehnung und Brucheinschnürung sowie entsprechend guter Umformbarkeit. Die Kaltverfestigung ist dabei nicht unbedeutend und die Rekristallisationstemperatur merklich erhöht.

Keines der zulegierten Elemente ruft allein eine Aushärtung hervor. Die kleinen Effekte dieser Art bei technischen Sorten müssen deshalb auf andere Elemente oder Elementekombinationen zurückgeführt werden.

Der Rückgang der Festigkeit mit der Glühtemperatur wird durch Eisengehalte verzögert und durch Sauerstoff beschleunigt. Daraus ergeben sich für die Legierungspraxis interessante Möglichkeiten.

8. Zusammenfassung

Bei hoher vorausgegangener Kaltverformung konnte die ausgeprägte Streckgrenze an Titan technischer Reinheit nach allen rekristallisierenden Glühungen im Bereich von 480 - 870° C/1 h nachgewiesen werden. Das Auftreten der Streckgrenze wird durch eine α -Korngröße von 50 μm begrenzt. Außerdem wird die ausgeprägte Streckgrenze durch die Bildung von mehr als 10 % β_u im rekristallisierten Gefüge verhindert. Bis zu einem Gehalt von 50 % β_u im rekristallisierten Gefüge läßt sich die Streckgrenze aber durch eine zusätzliche α -stabilisierende Glühung wieder freilegen, wenn der β_u -Anteil mindestens bis auf 10 % in

polygonales α eingeformt wird.

Optimal ausgeprägte Streckgrenze trat an technischem Titan bereits bei einem Gehalt von 0,05 % Sauerstoff auf. Bei 0,4 % Sauerstoff wurde noch eine deutliche Streckgrenze ermittelt. Sauerstoffgehalte ab 0,15 % vermindern allerdings vor allem den Fließbereich und den Unterschied zwischen oberer und unterer Streckgrenze.

An rekristallisiertem Jodid-Titan wurde auch nach hoher vorausgegangener Kaltverformung keine Streckgrenze gefunden. Zusätze von 0,02 % C, 0,05 und 0,10 % N sowie 0,05 % Fe und 0,05 % Fe plus 0,05 % O zu Jodid-Titan ergaben unter den gleichen Bedingungen ebenfalls keine Streckgrenze. Zusatz von Sauerstoff ergab lediglich in Höhe von 0,1 % eine merkliche Streckgrenze.

Bei technischen Titansorten ergab sich keine allgemeine Abhängigkeit der Primärrekristallisation vom Sauerstoff- und Eisengehalt. Das Kornwachstum wird dagegen durch Eisen maßgeblich gehemmt. Bei Jodid-Titan wurde nachgewiesen, daß Rekristallisation und Kornwachstum durch Sauerstoff beschleunigt und durch Eisen gehemmt werden. Die Entfestigung verformter Proben bei Glühung wird dementsprechend durch Zusätze von Sauerstoff beschleunigt und durch Zusätze von Eisen verzögert.

Ein besonders gutes Formänderungsvermögen wurde auch nach hohen Glühungen an Jodid-Titan mit 0,05 % Fe gefunden. Dabei weist dieser Werkstoff kaltverformt eine Festigkeit von ca. 70 Kp/mm² sowie eine Erweichungstemperatur von 500° auf. Zusätze von 0,05 % Sauerstoff neben 0,05 % Eisen ergeben eine günstige Kombination der mechanischen Eigenschaften.

Eine Aushärtbarkeit trat bei Jodid-Titan durch die vorgenommenen Zusätze an Sauerstoff, Stickstoff, Kohlenstoff, Eisen sowie Eisen plus Sauerstoff nicht auf. Eine Abnahme der Bruchdehnung mit zunehmender α -Korngröße wurde bis 850° 1 h nicht gefunden.

Der Mechanismus der Streckgrenze von Titan unterscheidet sich

wesentlich von dem bei Eisen. Bei weniger als 10 % Verformung durch Rundhämmern vor der Rekristallisation wurde keine ausgeprägte Streckgrenze gefunden. Die Ausprägung der Streckgrenze steigt mit dem Umformgrad an. Eine Wiederherstellung der Streckgrenze ist ebenfalls nur dann möglich, wenn der vorausgegangene Zugversuch einen ausreichenden Umformgrad (ca. 3 %) aufgebracht hat. Die Verformung vor der Rekristallisation wurde damit als die entscheidende Ursache der Streckgrenze an Titan erkannt.

Die allgemeine Lehre von der Diffusion der interstitiellen Elemente als Ursache der Streckgrenze trifft bei Titan nicht zu. Es wurde deshalb die neuartige Vorstellung von einer mit dem Umformgrad ansteigenden latenten, strukturellen Voraussetzung für die Streckgrenze entwickelt. Die Rekristallisationsglühung beseitigt lediglich die durch Verfestigung bewirkte Überdeckung der Streckgrenze. Die Überdeckung wird um so eher beseitigt, je höher der Umformgrad und damit die latenten Voraussetzungen ansteigen. Dieser Annahme lassen sich alle an Titan gefundenen Streckgrenzeneffekte zwanglos einfügen.

9. Literaturverzeichnis

- 1 W.Lüders: Dinglers polytechnisches Journal 156 (1860) 13
- 2 R.F.Johnson: Iron Steel Inst., Pub. 104 (1967)
- 3 W.R.Kiessel, M.J.Sinnot: Journal of Metals 5 (1953) 331
- 4 M.Evers: Z.Metallkunde 50 (1959) 638
- 5 F.D.Rosi, F.C.Perkins: Trans. ASM 45 (1953) 972
- 6 H.Margolin, K.Hall: Final Report to Watertown Arsenal
Contract No. DA-30-069-ORD-1217
- 7 E.Stolte, W.Heller: Stahl u.Eisen 90 (1970) 861
- 8 A.T.Churchman: Acta Met. 3 (1955) 22
- 9 E.Houdremont: Handbuch der Sonderstahlkunde Bd.I, Springer-Verlag
Berlin 1956
- 10 W.Köster: Arch.Eisenhüttenwesen 21 (1950) 305
- 11 G.Masing: Arch.Eisenhüttenwesen 21 (1950) 315
- 12 R.Ergang, S.Welz: Z.Metallkunde 43 (1952) 45
- 13 O.Vöringer, E.Macherauch: Metall 22 (1968) 1002
- 14 E.Siebel: Handbuch der Werkstoffprüfung Bd.II, Springer-Verlag
Berlin 1955
- 15 W.S.Owen: Iron Steel Inst., Spec.Report 81 (1963)
- 16 W.Köster, W.Tiemann: Arch.Eisenhüttenwesen 5 (1931/32) 579
- 17 U.Heubner, V.Schumacher: Z.Metallkunde 59 (1968) 337
- 18 A.H.Cottrell: Trans. AIME 212 (1958) 192
- 19 M.M.Hutchison: J.Iron Steel Inst. 186 (1957) 431
- 20 W.Köster, W.Konzelmann: Z.Metallkunde 54 (1963) 132
- 21 R.L.Jones, H.Conrad: Trans. AIME 245 (1969) 779
- 22 J.R.Low, M.Gensamer: Trans. AIME 158 (1944) 207
- 23 C.A.Edwards, D.L.Phillips, H.N. Jones: J.Iron Steel Inst. 142
(1940) 199
- 24 A.H.Cottrell: Report of a Conference on the Strength of Solids.
London 1948, 30
- 25 A.H.Cottrell: Symposium on the Plastic Deformation of Crystalline
Solids. Pittsburgh 1950, 60
- 26 H.Suzuki: Sci.Rep.Res.Inst. Tohoku Univ. A 4 (1952) 455
- 27 J.C.Fisher: Acta Met. 2 (1954) 9
- 28 S.Rudman: Acta Met. 10 (1962) 195
- 29 R.B.Jones, V.A.Phillips: Trans. ASM 53 (1961) 775
- 30 C.Feng, C.Elbaum, W.C.Winegard: Trans. AIME 215 (1959) 632
- 31 G.F.Bolling, L.E.Hays, H.W.Wiedersich: Acta Met. 9 (1961) 622
- 32 A.T.Santhanam, V.Ramachandran, R.E.Reed-Hill: Metallurgical
Transactions 1 (1970) 2593

- 33 R.N.Orava, G.Stone, H.Conrad: Trans. ASM 59 (1966) 171
- 34 J.C.M.Li: Trans. AIME 227 (1963) 239
- 35 R.J.Wasilewski: Trans. ASM 56 (1963) 221
- 36 S.N.Monteiro, A.T.Santhanam, R.E.Reed-Hill: Proc.Int.Conf., London 21-24.Mai 1968, ed. by R.I.Jaffee, N.E.Promisel, Pergamon Press 1970, 503
- 37 H.Conrad, R.Jones: Proc.Int.Conf., London 21-24.Mai 1968, ed. by R.I.Jaffee, N.E.Promisel, Pergamon Press 1970, 489
- 38 N.G.Turner, W.G.Roberts: Trans. AIME 242 (1968) 1223
- 39 K.Wellinger, H.-J.Wittwer: Metall 22 (1968) 929
- 40 K.Wellinger, H.-J.Wittwer: Metall 17 (1963) 97
- 41 F.Bollenrath, H.Feldmann: Forschungsber.d.Landes Nordrhein-Westfalen Nr. 1578, Köln 1966
- 42 E.O.Hall: Proc.Phys.Soc., London B 64 (1951) 747
- 43 N.J.Petch: J.Iron Steel Inst. 174 (1953) 25
- 44 W.Köster, M.O.Speidel: Z.Metallkunde 56 (1965) 585
- 45 G.I.Taylor: J.Inst.Met. 62 (1938) 307
- 46 H.Böhm: Einführung in die Metallkunde, Bibliogr.Inst., Mannheim 1968
- 47 J.Heslop, N.J.Petch: Phil.Mag. 1 (1956) 866
- 48 A.Seeger: Dislocations and Mechanical Properties of Crystals, John Wiley, New York 1957
- 49 H.Conrad, G.Schoeck: Acta Met. 8 (1960) 791
- 50 J.Friedel: Les Dislocations, Gauthier-Villars, Paris 1956
- 51 A.Cracknell, N.J.Petch: Acta Met. 3 (1955) 186
- 52 G.I.Taylor: Proc.Roy Soc. A 145 (1934) 362
- 53 D.J.Dingley, D.Mc Lea: Acta Met. 15 (1967) 885
- 54 A.S.Keh, S.Weissmann: Conference on the impact of transmission electron microscopy and theories of the strength of crystals, Berkeley 1961
- 55 J.C.Suits, B.Chalmers: Acta Met. 9 (1961) 854
- 56 G.T.Hahn: Acta Met. 10 (1962) 727
- 57 D.F.Stein, J.R.Low: J.Appl.Phys. 31 (1960) 362
- 58 W.G.Johnston, J.J.Gilman: J.Appl.Phys. 30 (1959) 129
- 59 R.I.Jaffee, F.C.Holden, H.R.Ogden: Journal of Metals 6 (1954) 1282
- 60 D.Gupta, S.Weinig: Trans. AIME 215 (1959) 209
- 61 R.I.Jaffee, I.E.Campbell: Trans. AIME 185(1949) 646
- 62 W.L.Finlay, J.A.Snyder: Trans.AIME 188 (1950) 277
- 63 R.I.Jaffee, H.R.Ogden, D.J.Maykuth: Trans. AIME 188 (1950) 1261
- 64 A.T.Churchman: Proc.Roy Soc. A 226 (1954) 216
- 65 M.Hirabayashi, M.Koiwa, S.Yamaguchi: Int.Symp., Inst.of Metals 1968, Monograph No. 33

- 66 E.T.Wessel: Proc. ASTM 56 (1956) 540
- 67 G.Birkbeck, R.M.Douthwaite: Trans. AIME 242 (1968) 1595
- 68 N.J.Petch: Acta Met. 12 (1964) 59
- 69 W.Köster: Z.Metallkunde 19 (1927) 304
- 70 D.V.Edmonds, C.J.Beevers: Metal Science Journal 2 (1968) 228
- 71 T.R.Cass: Proc.Int.Conf., London 21.-24.Mai 1968, ed. by
R.I.Jaffee, N.E.Promisel, Pergamon Press 1970, 459
- 72 N.E.Paton, W.A.Backofen: Persönliche Mitteilung 1970
- 73 R.J.Wasilewski: Trans. ASM 56 (1963) 942
- 74 D.J.Blickwede: Metal Progress 96 (1969) 91
- 75 E.D.Levine: Trans. AIME 236 (1966) 1558
- 76 E.Bohanek: Metals Engineering Quarterly 1 (1961) 70
- 77 K.Sagel, U.Zwicker: Z.Metallkunde 46 (1955) 835
- 78 H.-W.Wagener: Metall 22 (1968) 123
- 79 R.Reinbach: Z.Metallkunde 51 (1960) 24
- 80 F.R.Larson, J.Salmas: Trans. ASM 46 (1954) 1377
- 81 I.Obinata, K.Nishimura: J.Inst.Metals 84 (1955/56) 97
- 82 K.Bungardt, K.Rüdinger: Metall 14 (1960) 988
- 83 R.W.Armstrong: Advances in Materials Research, ed. by H.Herman,
John Wiley, New York 1967
- 84 R.Reinbach, A.Nowikow: Z.Metallkunde 47 (1956) 583
- 85 H.Hu, R.S.Cline: Trans. AIME 242 (1968) 1013
- 86 E.Raub, Ch.J.Raub, E.Röschel, V.B.Compton, T.H.Geballe,
B.T.Matthias: J.Less-Common Metals 12 (1967) 36
- 87 U.Zwicker: Z.Metallkunde 46 (1955) 842
- 88 J. Breme, Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg 1971

Mein besonderer Dank anlässlich der vorliegenden Arbeit gilt
Herrn Prof. Dr. H. U. Zwicker für wertvolle Hinweise und
Unterstützung bei der Durchführung sowie allen, die mit Rat
und Tat dazu beigetragen haben.

Lebenslauf Peter Ruchel

18. 1. 1933 geboren in Elsfleth/Weser als Sohn des Kapitäns
Johannes Ruchel und seiner Ehefrau Lisa, geb.
Schumacher
- 1939 - 1942 Besuch der Volksschule in Elsfleth
- 1942 - 1943 Besuch der Volksschule in Bremen-Oslebshausen
- 1943 - 1945 Besuch der Hauptschule in Elsfleth
- 1945 - 1952 Besuch der Oberschule in Bremen-Walle
15. 2. 1952 Reifeprüfung
- 1952 - 1958 Studium der Metallhüttenkunde (Prof. Dr. H. Winter-
hager) an der TH Aachen, daneben Fachpraktikum
bei 7 in- und ausländischen Betrieben
22. 5. 1958 Diplom-Hauptprüfung
- 1958 - 1963 Assistent in der Forschungsabteilung des Metallwerks
Diehl in Röthenbach/Peg.
- 1963 - 1968 Leiter der Forschungsabteilung des Metallwerks Diehl
in Röthenbach/Peg.
- ab 1964 verheiratet mit Brigitte Ruchel geb. Seiler
aus dieser Ehe eine Tochter: Gabriele
- ab 1968 Oberassistent am Institut für Werkstoffkunde und
Technologie der Metalle (Prof. Dr. U. Zwicker)
an der Universität Erlangen-Nürnberg

Offsetdruck-Fotodruck

J. Hogl, 8520 Erlangen Hauptstr. 109, (Nähe Martin-Luther-Platz) Tel. 22990